Nº D'ORDRE au C.N.R.S.
A.O 9812

THÈSE

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE ROUEN

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

par

Ludovic PROTIN

ADAPTATION D'UN GROUPE ULTRA-VIDE A LA PULVERISATION CATHODIQUE RADIO-FREQUENCE

- REGULATION DE PRESSION DU GAZ DE DECHARGE
- APPLICATIONS

Soutenue le 4 MAI 1974

MM.	A. COLOMBANI	Doyen honoraire Professeur à l'Université de Rouen	Président
	R. GUILLIEN	Directeur de l'I.G.B.M. Professeur à l'Université de Nancy	Examinateurs
	C. VAUTIER	Professeur à l'U.E.R. Sciences et Techniques du Havre	

Nº D'ORDRE au C.N.R.S.
A.O 9812

THÈSE

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE ROUEN

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

par

Ludovic PROTIN

ADAPTATION D'UN GROUPE ULTRA-VIDE A LA PULVERISATION CATHODIQUE RADIO-FREQUENCE

- REGULATION DE PRESSION DU GAZ DE DECHARGE
- APPLICATIONS

Soutenue le 4 MAI 1974

MM.	A. COLOMBANI	Doyen honoraire Professeur à l'Université de Rouen	Président
	R. GUILLIEN	Directeur de l'I.G.B.M. Professeur à l'Université de Nancy	Examinateurs
	C. VAUTIER	Professeur à l'U.E.R. Sciences et Techniques du Havre	

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

A Mes Parents

A Ma Femme

A Mes Enfants

Ce travail a été réalisé au laboratoire de Physique des Couches Minces de la Faculté des Sciences de ROUEN.

Que Monsieur le Professeur COLOMBANI trouve ici l'expression de ma profonde reconnaissance pour les conseils et les encouragements qu'il n'a cessé de me donner.

J'exprime à Monsieur le Professeur GUILLIEN ma profonde gratitude pour l'honneur qu'il me fait d'accepter de juger ce travail.

A Monsieur le Professeur VAUTIER qui a bien voulu accepter de faire partie du jury j'adresse mes remerciements les plus vifs.

Que Monsieur J.C. LECORDIER trouve ici l'expression de ma gratitude pour les précieux conseils qu'il m'a prodigués et pour les travaux très interessants qu'il m'a donné l'occasion de réaliser.

Je tiens également à remercier Monsieur J. SARRAU qui a très aimablement mis à ma disposition son matériel d'analyse de gaz résiduels et dont les connaissances approfondies en spectrométrie de masse m'ont été très utiles.

Je tiens enfin à remercier :

- Messieurs PASQUET, CHARLES, DELAHAYES, LEBERTOIS et LIZIARD pour l'execution de toutes les transformations apportées au dispositif de pulvérisation.

- Mademoiselle KAELIN et Monsieur HERNANDEZ auquel j'associe l'ensemble du personnel de la salle des tirages pour le soin apporté à la dactylographie et à l'impression de cet ouvrage.

oOo

S O M M A I R E

INTRODUCTION

CHAPITRE I - GENERALITES SUR LA PULVERISATION CATHODIQUE

I-1 Pulvérisation cathodique sous tension continue : Système diode.

I-1-1 Le tube à décharge
I-1-2 Répartition du potentiel et du champ électrique dans le tube à décharge
I-1-3 Pulvérisation cathodique : Système diode
I-1-4 La sonde de LANGMUIR dans un plasma
I-1-5 Inconvénients du système diode en continu

I-2 Pulvérisation cathodique en présence d'un champ magnétique

I-2-1 Utilisation d'un champ magnétique perpendiculaire au champ électrique
I-2-2 Champ magnétique parallèle au champ électrique

I-3 Pulvérisation cathodique à configuration triode

I-4 Pulvérisation cathodique radio-fréquence

I-4-1 Système diode en tension alternative asymétrique
I-4-2 Principe de la pulvérisation radio-fréquence
I-4-3 Système diode

I-5 Paramètres de la pulvérisation cathodique

I-5-1 Pulvérisation continue
I-5-2 Pulvérisation radio-fréquence
I-5-3 Influence de la pression du gaz sur les autres paramètres

CHAPITRE II - SERVOMECANISME REGULATEUR DE PRESSION D'ARGON A L'INTERIEUR DE L'ENCEINTE A VIDE

II-1 Appareillage utilisé

II-1-1 Le groupe à ultra-vide
II-1-2 Dispositif d'introduction d'argon
II-1-3 Mesure de la pression d'argon

II-2 Détermination expérimentale des paramètres du système à réguler

II-2-1 Réponse du système vanne+groupe de pompage + jauge de mesure à un échelon de pression
II-2-2 Méthode pratique pour déterminer le type d'un système

II-3 Avant projet du servomécanisme

II-3-1 Cahier des charges
II-3-2 Fonction de transfert du régulateur
II-3-3 Calcul des éléments du régulateur. Lieu de BLACK en boucle ouverte de l'asservissement
II-3-4 Méthode harmonique : Essai en fréquence de l'asservissement.

II-4 Réalisation définitive

II-4-1 Calcul du gain nécessaire à la précision souhaitée
II-4-2 Compensation de l'asservissement

II-5 Réalisation pratique et performances

II-5-1 Schéma de l'appareil
II-5-2 Performances du servomécanisme

CHAPITRE III - DEPOT DE COUCHES MINCES PAR PULVERISATION CATHODIQUE RADIO-FREQUENCE

III-1 Appareillage de pulvérisation haute fréquence

III-1-1 Le générateur H.F
III-1-2 Boitier de commande de pulvérisation
III-1-3 Porte cathodes
III-1-4 Réalisation pratique des cathodes-cibles
III-1-5 Plateau d'anode et porte substrat
III-1-6 Champ magnétique

III-2 Mise en oeuvre du dispositif de pulvérisation

III-2-1 Substrat
III-2-2 Processus de dégazage du dispositif : Diagramme de gaz résiduels
III-2-3 Préréglage des divers paramètres de la pulvérisation

III-3 Application au dépôt de couches minces de matériaux conducteurs et isolants

III-3-1 Problèmes posés par le dépôt à travers un cache : Polarisation des substrats

III-3-2 Influence des paramètres de la pulvérisation R.F sur la vitesse de dépôt

- Détermination expérimentale de la vitesse de dépôt de cuivre, tantale, nickel, quartz et alumine
- Influence de la puissance haute fréquence
- Influence de la pression d'argon
- Influence de la distance anode-cathode.

CONCLUSION

INTRODUCTION

La pulvérisation cathodique découverte par GROVE en 1852 puis décrite par PLÜCKER en 1858 est à l'origine de la physique des couches minces. C'est au cours de travaux sur la décharge dans les gaz à pression réduite qu'ils montrèrent que le métal constituant la cathode du tube à décharge se trouvait pulvérisé et se déposait en couche mince sur les parois de l'enceinte.

Durant les trente premières années du siècle, la pulvérisation cathodique fut utilisée par de nombreux chercheurs [1] [2] pour obtenir et étudier des couches minces métalliques. Alors qu'un certain nombre de théories sur les mécanismes mis en jeu au cours du dépôt s'affrontaient (3) (4) (5), les premiers pas vers une explication furent franchis en 1926 avec les travaux de VON HIPPEL(6) qui montra que les particules émises étaient en grande partie des atomes neutres.

Cependant cette technique fut longtemps négligée au profit des méthodes d'évaporation sous vide poussé et ce n'est que depuis ces vingt dernières années que la pulvérisation cathodique connait un essor sans cesse grandissant et conduit à des applications intéressantes dans des domaines très variés de l'industrie.

Alors que la phase active de la pulvérisation cathodique se situe dans un domaine de pressions relativement élevées, (de l'ordre de 10^{-2} à 10^{-4} Torr), sa mise en oeuvre nécessite un appareillage de vide de très bonne qualité et un dégazage de l'enceinte plus poussé que dans les autres techniques à cause de la contamination possible des atomes pulvérisés par les gaz résiduels de l'enceinte de pulvérisation. Certains auteurs pensent même qu'il serait préférable de traiter l'ensemble complet du bâti de pulvérisation en ultra-vide (7).

Ces considérations nous ont amenés à utiliser un groupe de pompage ultra-vide existant au laboratoire en vue de son adaptation à la pulvérisation cathodique de matériaux conducteurs ou isolants.

Les critères ayant guidé notre étude sont :

- possibilité de traiter l'ensemble groupe de pompage et système de pulvérisation en ultra-vide. Nous verrons que cela aboutit parfois à des problèmes de réalisation pratique assez délicats.

- maintenir la température du substrat aussi faible que possible pendant la pulvérisation et possibilité de polariser le substrat par rapport au gaz de décharge (Bias-sputtering) afin de réduire le piégeage de l'argon dans les couches pulvérisées.

- concevoir le dispositif mécanique recevant le dépôt (substrat et porte substrat) de manière à pouvoir porter l'ensemble à une température pouvant atteindre 600°C. Ce chauffage permettant soit le dégazage du substrat avant le dépôt soit le recuit à haute température de la couche mince. La pulvérisation apparait alors dans ce cas comme étant uniquement une technique de dépôt, le reste des opérations étant identique au processus d'étude des couches minces par évaporation thermique.

Enfin, tous les auteurs sont unanimes à reconnaître que l'un des paramètres principaux de la décharge est la pression du gaz à l'intérieur de l'enceinte. Or, il s'avère que par suite de l'augmentation de température due à la décharge luminescente, cette pression évolue constamment et modifie les autres paramètres qui lui sont liés (courant ionique, espace sombre de Crookes', libre parcours moyen des particules , impédance de la décharge). Il nous a donc semblé, afin d'obtenir des résultats reproductibles quel que soit le temps de pulvérisation, qu'il serait intéressant de réaliser un servomécanisme régulateur de pression à l'intérieur de l'enceinte à vide.

Après avoir rappelé les notions essentielles concernant la pulvérisation cathodique et sa mise en oeuvre, nous décrirons l'appareillage utilisé. Puis nous exposerons l'étude et la réalisation du servomécanisme régulateur de pression et son application à la réalisation de couches minces par pulvérisation cathodique radiofréquence.

CHAPITRE I

GENERALITES SUR LA PULVERISATION CATHODIQUE

I.1. PULVERISATION CATHODIQUE SOUS TENSION CONTINUE : SYSTEME DIODE

I-1-1- LE TUBE A DECHARGE

Le dispositif de pulvérisation cathodique le plus simple et aussi le plus ancien, analogue à un tube de CROOKES, est constitué de deux électrodes planes métalliques distantes de quelques centimètres situées dans une enceinte à vide. Après avoir fait le vide, ou fait remonter la pression vers 10^{-2} Torr en introduisant un flux controlé de gaz (généralement un gaz inerte genre Argon). En appliquant un potentiel continu de quelques kilovolts aux deux électrodes, il se produit une décharge luminescente.

I-1-2- REPARTITION DU POTENTIEL ET DU CHAMP ELECTRIQUE DANS LE TUBE A DECHARGE

Dans le cas où la distance entre les électrodes est assez faible, on distingue 3 zones caractéristiques de la décharge luminescente (figure I-1).

- une zone lumineuse de faible épaisseur localisée à la surface de la cathode appelée gaine cathodique (zone 1 de la figure I-1).

- Une zone sombre, adjacente à la gaine cathodique, dont l'épaisseur est inversement proportionnelle à la pression du gaz de décharge. Cette zone appelée espace sombre de Crookes est la région la plus importante de la décharge.

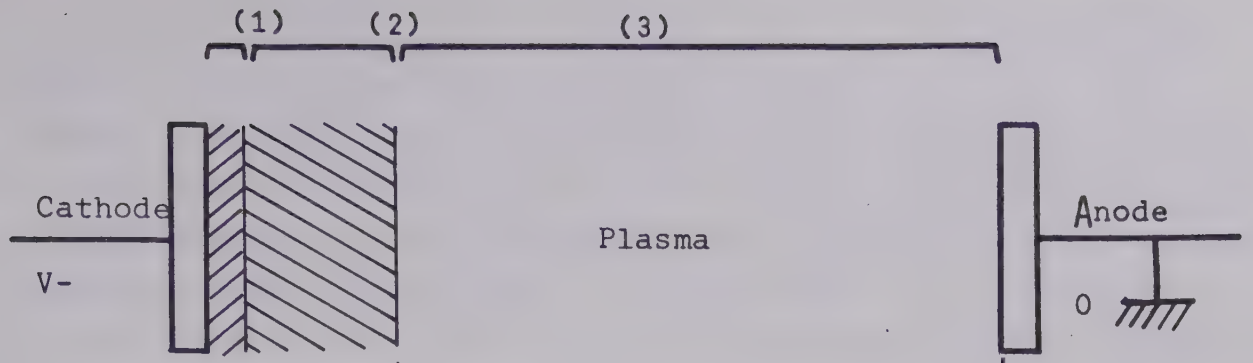


FIGURE I-1

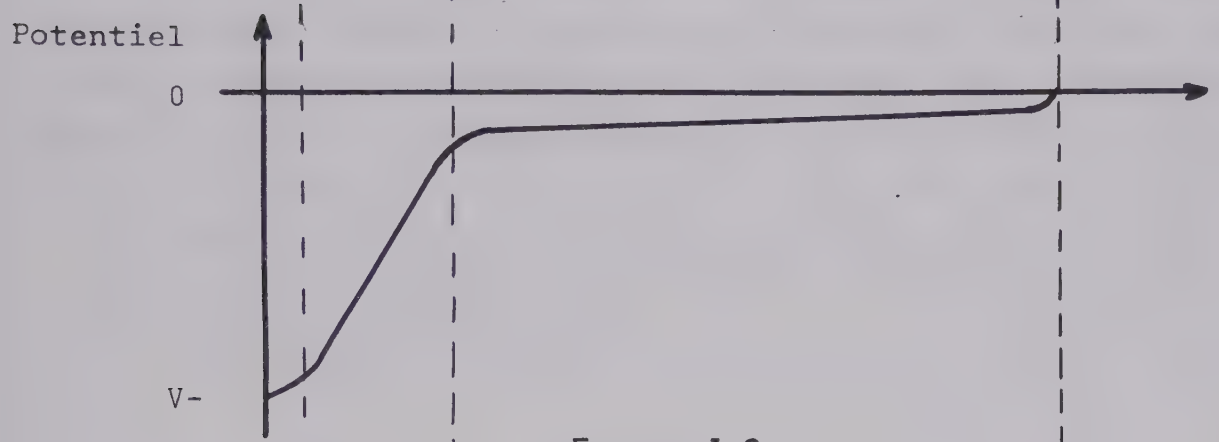


FIGURE I-2

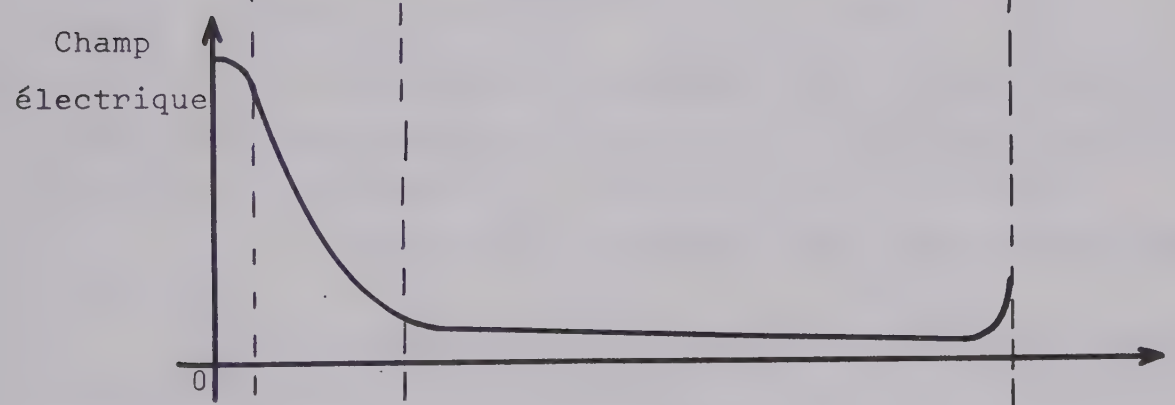


FIGURE I-3

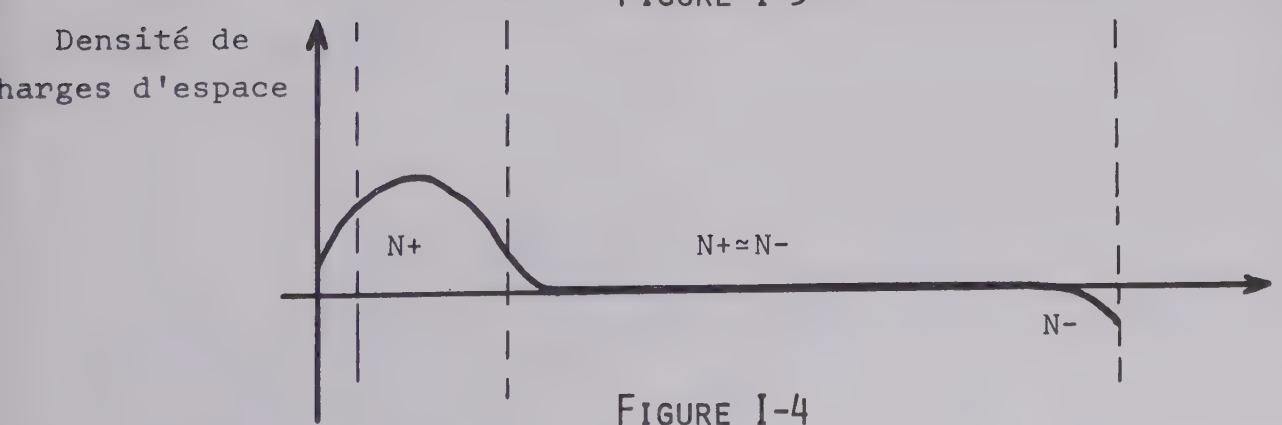


FIGURE I-4

Au moment de l'amorçage, il y a création d'un grand nombre d'ions et d'électrons. Par suite de la très grande mobilité des électrons par rapport aux ions dans le champ électrique créé par la tension continue, il se produit une charge d'espace positive près de la cathode. Cette charge d'espace entraîne une modification de la distribution du champ électrique et du potentiel entre les deux électrodes comme le montrent les figures I-2 et I-3. Il apparaît sur ces figures que c'est la zone de Crookes qui impose l'impédance de la décharge luminescente.

- Enfin, au-delà de la zone de Crookes, on distingue une région lumineuse appelée zone de lumière négative. Cette région de champ électrique faible, appelée plasma, possède des concentrations en porteurs positifs et négatifs voisines comme le montre la figure I-4. Si la distance entre les deux électrodes est suffisamment grande, on peut distinguer deux nouvelles régions, une zone obscure appelée espace sombre de Faraday et une zone lumineuse appelée colonne positive.

I.1.3. PULVERISATION CATHODIQUE : SYSTEME DIODE

Les ions positifs accélérés par le champ électrique intense qui règne au niveau de la zone de Crookes vont soumettre la cathode à un bombardement intensif ce qui a pour but :

- d'une part, d'extraire des atomes métalliques de la cathode
- d'autre part, d'émettre des électrons secondaires qui vont entretenir la décharge par un processus d'avalanche. La figure I-5 résume les phénomènes rencontrés lors de la pulvérisation cathodique[8].

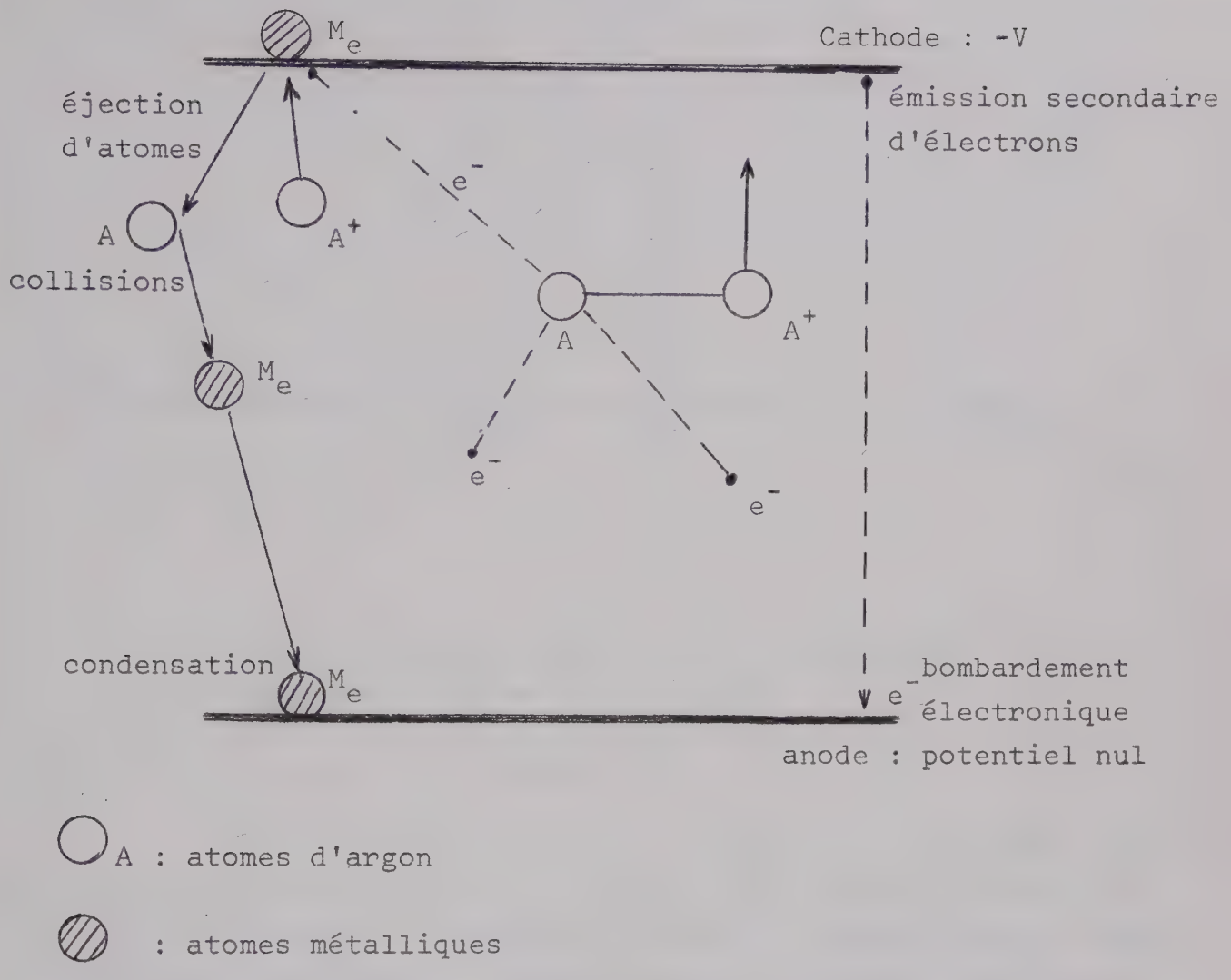
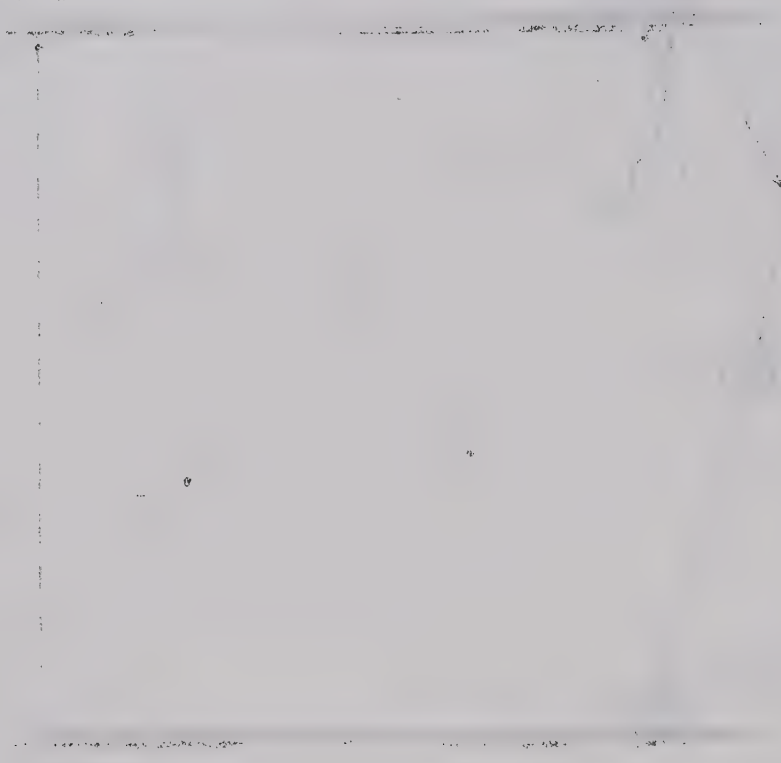


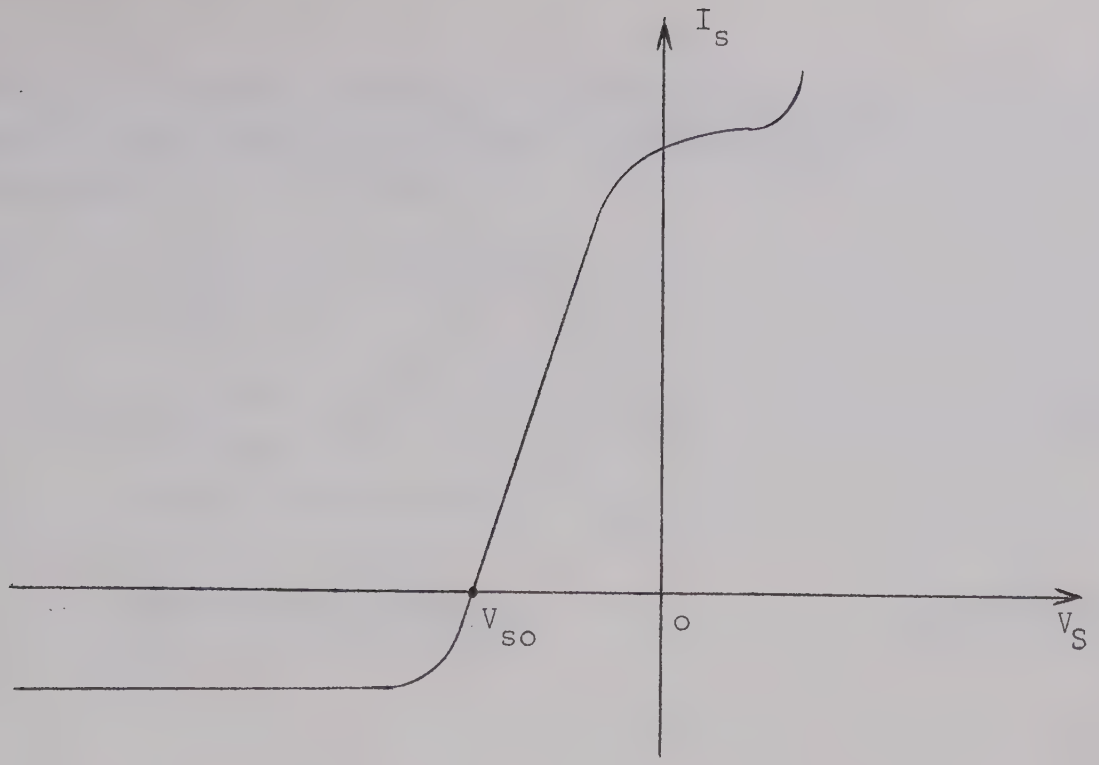
Figure I-5

I.1.4. LA SONDE DE LANGMUIR DANS UN PLASMA

Si l'on plonge une électrode conductrice dans le milieu ionisé extérieur à la zone de Crookes et que l'on impose son potentiel par rapport au plasma, on réalise une sonde de Langmuir. La figure I-6 donne la caractéristique courant tension d'une telle sonde.

Si le potentiel imposé à la sonde est nul ($V_s = 0$), le courant I_s est surtout d'origine électronique par suite de la grande différence de mobilité des ions et des électrons.





V_s potentiel de la sonde/potentiel du plasma
I_s densité de courant de la sonde

Figure I-6

Si la tension appliquée à la sonde est légèrement positive par rapport au potentiel du plasma, seuls les électrons sont attirés et il s'établit un régime de charge d'espace négative. Pour des tensions supérieures à quelques volts, le courant croît très rapidement et la sonde tend à devenir elle-même une anode pour la décharge.

Si V_s est légèrement négatif, un courant ionique apparaît alors que le courant électronique est limité. Pour une certaine tension $V_s = V_{so}$ négative, il peut même y avoir égalité des courants électroniques et ioniques. C'est cette tension négative qui sera acquise par une surface plongée dans le milieu ionisé et dont le potentiel n'est pas imposé.

Enfin, lorsque V_s est très négatif, seuls les ions sont attirés par la sonde et une charge d'espace positive se forme au voisinage de l'électrode. Cette zone sombre, analogue à la zone de Crookes dans une décharge luminescente, est la zone de Langmuir.

L'épaisseur de la zone de Langmuir correspond à un équilibre entre les forces attractives dues au potentiel négatif de la

sonde et les forces répulsives introduites par la concentration élevée d'ions positifs. On montre que l'épaisseur de la zone sombre de Langmuir est donnée par :

$$d^2 = \frac{4\varepsilon_0}{9J_s}\left(\frac{2e}{m}\right)^{1/2} \cdot V_s^{3/2}$$

V_s potentiel appliqué à la sonde (par rapport au potentiel du plasma)
J_s courant de la sonde dû aux ions
m masse de l'ion
e charge de l'électron
ε_0 permittivité du vide

I.1.5. INCONVENIENTS DU SYSTEME DIODE EN CONTINU

La nécessité de travailler à des pressions élevées (de l'ordre de 10^{-2} Torr) à l'intérieur de l'enceinte limite en fait l'utilisation de ce dispositif.

En effet, à ces pressions le libre parcours moyen des atomes pulvérisés est faible et par suite les collisions avec les autres particules du plasma peuvent ioniser ces atomes qui se trouvent alors accélérés vers la cathode. On estime dans ces conditions que 80 à 90 % des atomes émis peuvent rediffuser vers la cathode, d'où un rendement de pulvérisation très faible[9].

D'autre part, la contamination des atomes pulvérisés par les gaz résiduels de l'enceinte est très importante et il en résulte des couches minces dont la pureté est insuffisante.

Enfin il n'est pas possible par cette méthode de pulvériser une cible isolante.

I.2. PULVERISATION CATHODIQUE EN PRESENCE D'UN CHAMP MAGNETIQUE

Les travaux sur la pulvérisation connurent un nouvel essor en 1940 lorsque PENNING et MOUBIS montrèrent, en utilisant un champ magnétique, que l'on pouvait obtenir des dépôts de matériaux à des pressions beaucoup plus basses que dans le système diode classique[10].

I.2.1. UTILISATION D'UN CHAMP MAGNETIQUE PERPENDICULAIRE AU CHAMP ELECTRIQUE

L'effet d'un champ magnétique sur une décharge luminescente est le plus marqué lorsque les lignes d'induction sont perpendiculaires au champ électrique dans la zone sombre de Crookes. Nous avons vu en effet que c'est dans cette zone que le champ électrique est le plus intense.

Le champ magnétique agit essentiellement sur les électrons secondaires issus de la cathode. Entre deux chocs successifs, la trajectoire des électrons devient hélicoïdale augmentant ainsi considérablement le chemin parcouru donc la probabilité d'ionisation des atomes de gaz rare par les électrons. En conséquence, la pression à l'intérieur de l'enceinte peut être abaissée et le libre parcours moyen des atomes pulvérisés devient supérieur à la distance entre anode et cathode.

Le principal inconvénient d'un champ magnétique transversal est que le dépôt obtenu à partir d'une cathode plane n'est pas uniforme[11]. PENNING et MOUBIS ont obtenu des dépôts plus uniformes en utilisant une cathode cylindrique et un champ magnétique parallèle à son axe.

I.2.2. CHAMP MAGNETIQUE PARALLELE AU CHAMP ELECTRIQUE

Dans le cas où l'on veut utiliser une cathode plane et obtenir une bonne uniformité des dépôts, on utilise un champ magnétique longitudinal. Ce champ n'a aucune action sur les électrons de la zone sombre de Crookes, par contre les électrons de la

zone de lumière négative, où le champ électrique est faible, ayant des trajectoires quelconques sont influencés par le champ électrique longitudinal et leur libre parcours moyen se trouve considérablement réduit. Il en résulte une densité supérieure d'ions dans la zone de lumière négative adjacente à la zone de Crookes. Bien que la vitesse de pulvérisation soit plus faible que pour un champ transversal la configuration longitudinale permet d'obtenir des dépots de bonne uniformité avec des cathodes planes de dimensions réduites. Elle permet en outre de réduire le bombardement des parois de l'enceinte à vide par les électrons donc de diminuer la contamination du gaz de décharge par les parois de la chambre de pulvérisation.

I.3. PULVERISATION CATHODIQUE A CONFIGURATION TRIODE

Dans ce dispositif, les électrons nécessaires à l'entretien de la décharge sont créés par un filament porté à haute température. Une anode auxiliaire permet d'établir un flux électronique intense et d'ioniser le gaz de décharge dont la pression peut être maintenue à 10^{-3} torr (figure I.7.)

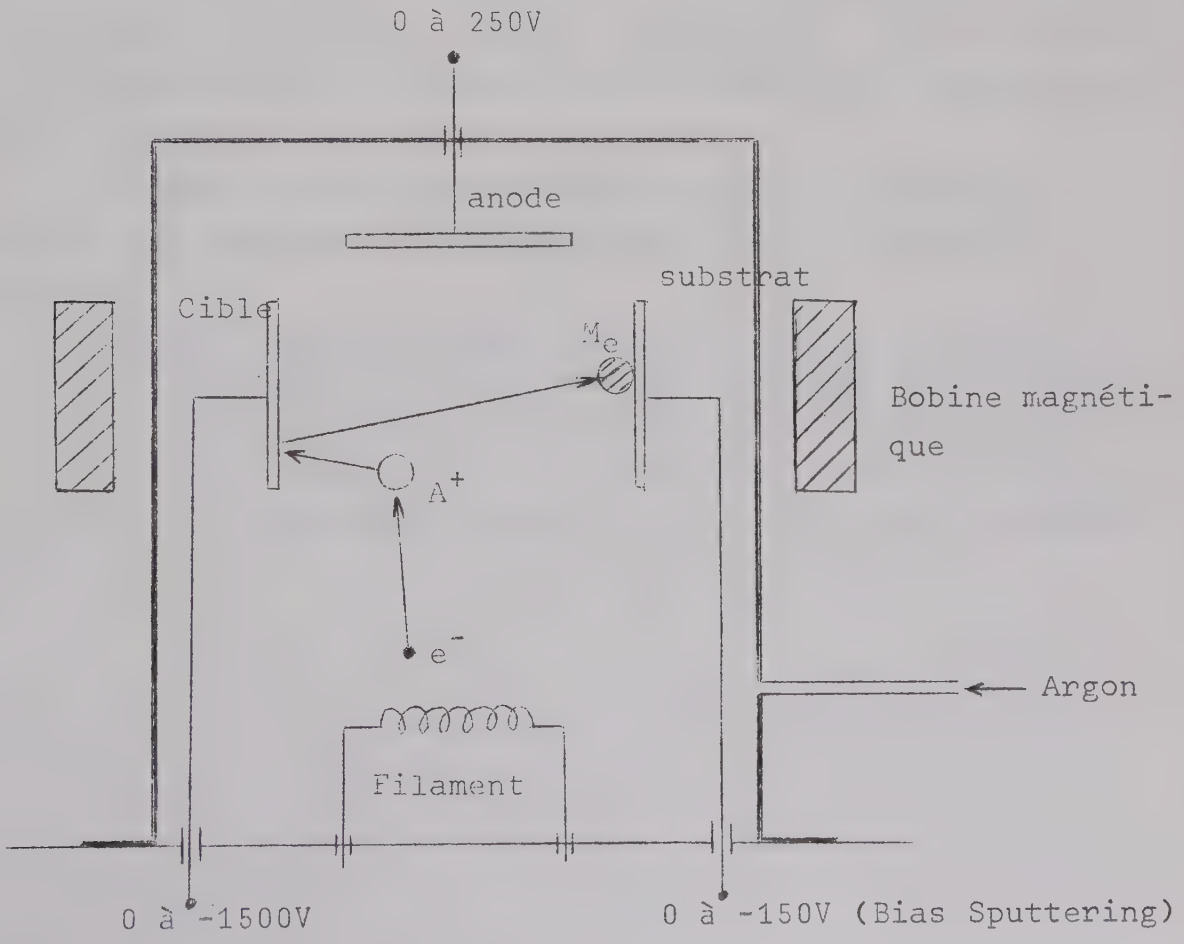
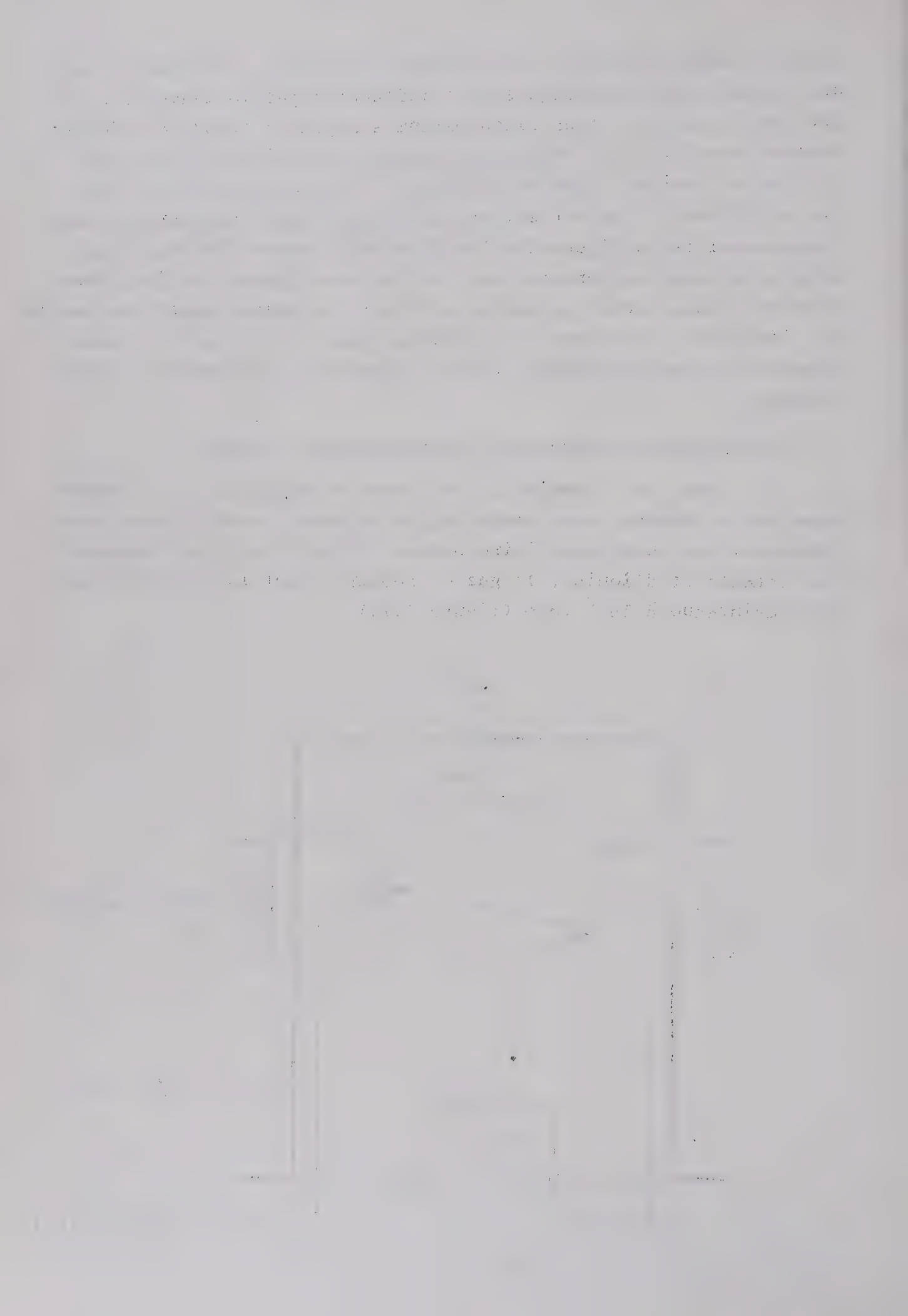


figure I-7



Une cible, placée parallèlement au faisceau électronique et polarisée négativement, est bombardée par les ions et les atomes pulvérisés se déposent sur un substrat placé en regard de la cible. L'utilisation d'un champ magnétique extérieur permet d'augmenter le rendement d'ionisation et de concentrer le plasma. On peut ainsi pulvériser des matériaux à des pressions pouvant atteindre 10^{-4} Torr et la pureté des couches obtenues par ce procédé est bonne.

Cependant la configuration triode ne permet pas de pulvériser des cibles isolantes et l'utilisation d'un filament chauffé exclu l'emploi d'un gaz de décharge actif (oxygène) pour des procédés de pulvérisation cathodique réactive.

I-4 PULVERISATION CATHODIQUE RADIO-FREQUENCE

I-4-1 SYSTEME DIODE EN TENSION ALTERNATIVE ASYMETRIQUE

Frérich proposa en 1962 un dispositif de pulvérisation assez semblable à un système diode classique mais dont la tension appliquée entre cible et substrat était alternative asymétrique (figure I-8).

Pendant la demi-période où la cible est négative, le courant Ic est maximum et les atomes arrachés se déposent sur le substrat.

Pendant la demi-période suivante, c'est le substrat qui est polarisé négativement et qui est donc bombardé par les ions. Cependant le courant I_A est limité par la résistance R (figure I-9) et l'énergie des ions peut être ajustée à une valeur telle que seuls les gaz et impuretés absorbés par la couche sont éliminés.

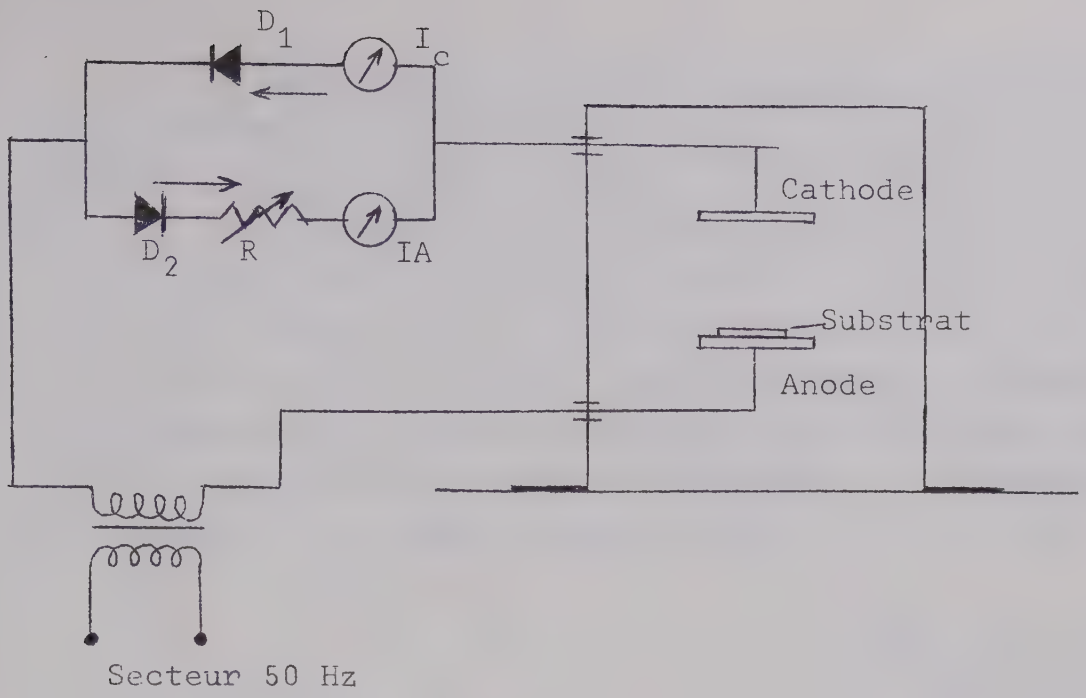


Figure I-8

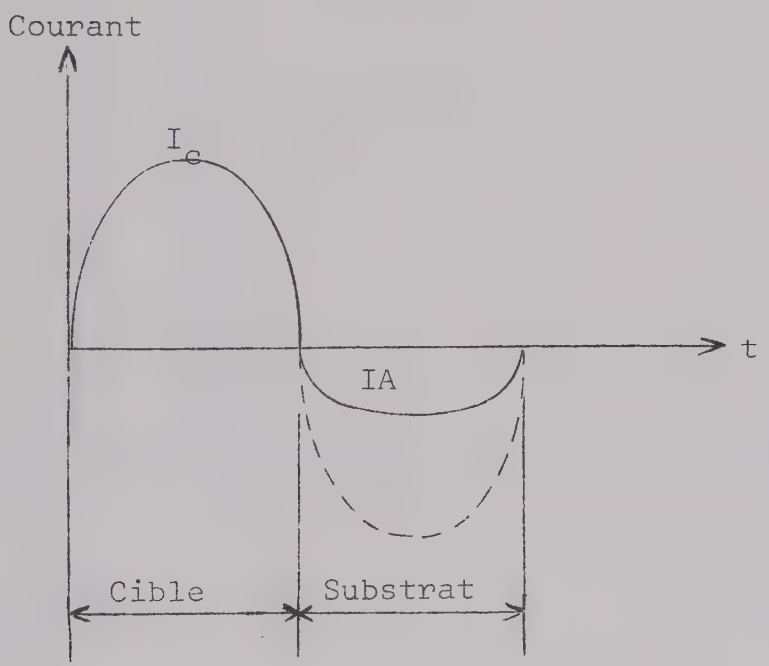


Figure I-9

I-4-2 PRINCIPE DE LA PULVERISATION RADIO-FREQUENCE

Antérieurement à ces travaux sur la pulvérisation cathodique sous tension alternative WEHNER avait donné en 1955 les principes de la pulvérisation cathodique sous tension alternative de fréquence élévée (radio-fréquence) et c'est en 1962 que ses collaborateurs ANDERSON et MAYER et lui même ont réussi pratiquement à utiliser ce procédé [12].

Dans ce dispositif, la dissymétrie entre les potentiels de cathode et d'anode est créé par la différence de mobilité des ions et des électrons dans le plasma.

Considérons un système de pulvérisation continue diode classique où l'on a introduit dans le plasma une électrode isolante. Quelque soit la tension continue appliquée à cette électrode, elle se comporte comme une sonde de LANGMUIR dont le potentiel par rapport au plasma n'est pas imposé. Une tension de polarisation légèrement négative Vso s'établit à la surface de l'électrode (figure I-10).

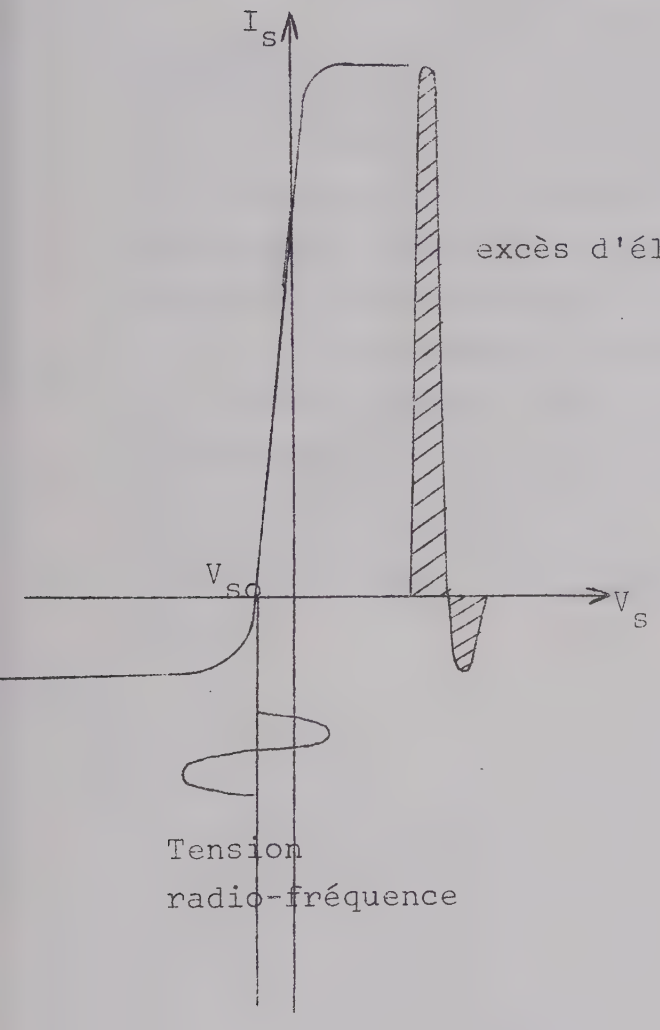


figure I-10

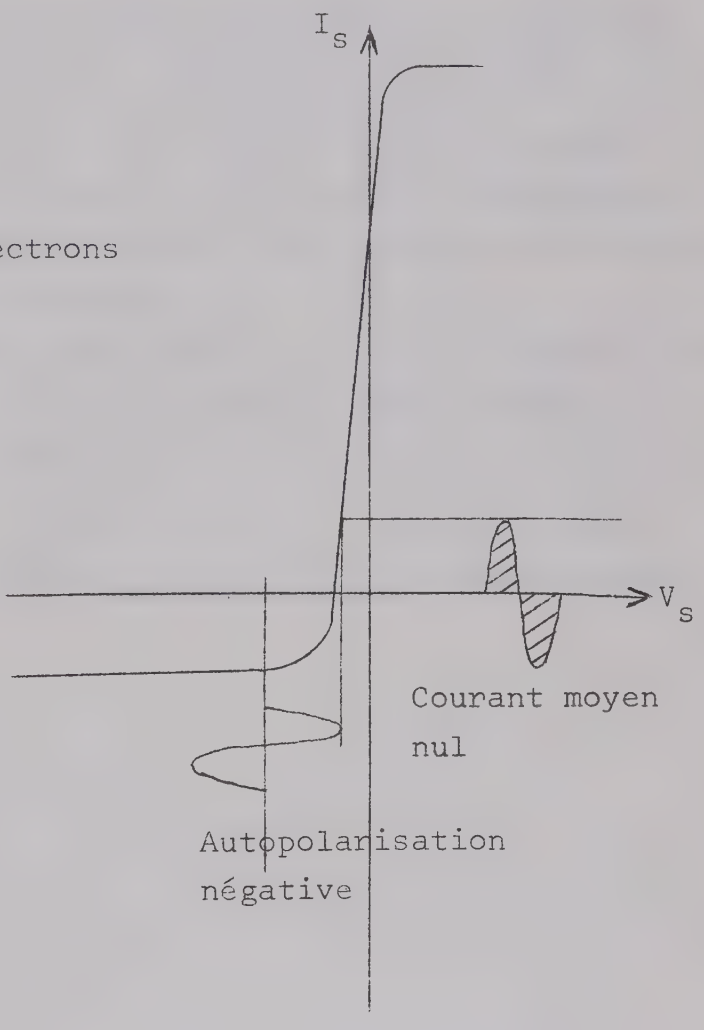


figure I-11

Si l'on applique une tension alternative haute fréquence sur l'électrode, pendant l'alternance positive elle reçoit un flux d'électrons plus intense que le flux d'ions à l'alternance négative. Le courant moyen traversant l'isolant devant être nul, il en résulte une autopolarisation négative de la surface de l'électrode comme le montre la figure I-11.

La valeur de cette tension de polarisation est fonction de la fréquence et de l'amplitude du signal appliqué. WEHNER a montré que si la fréquence était supérieure à 1MHz, la tension d'autopolarisation était pratiquement égale à la tension crête du signal haute fréquence.

On retrouve cet effet d'autopolarisation si c'est la cathode du tube à décharge qui est recouverte d'un matériau isolant. Par suite de l'accumulation de charges négatives à la surface de l'isolant, il se produit une charge d'espace positive au voisinage de la cathode et pour des tensions de polarisation suffisamment élevées, le champ électrique est suffisant pour provoquer la pulvérisation de l'isolant.

Le dispositif décrit par ANDERSON, MAYER et WEHNER était un système triode (figure I-12) où la cathode était formée d'une plaque conductrice reliée au générateur radio fréquence et d'une cible isolante rapportée sur la plaque. Ceci leur permit de nettoyer par pulvérisation les hublots et plaques de verre qu'ils utilisaient dans leurs manipulations sur la pulvérisation cathodique.

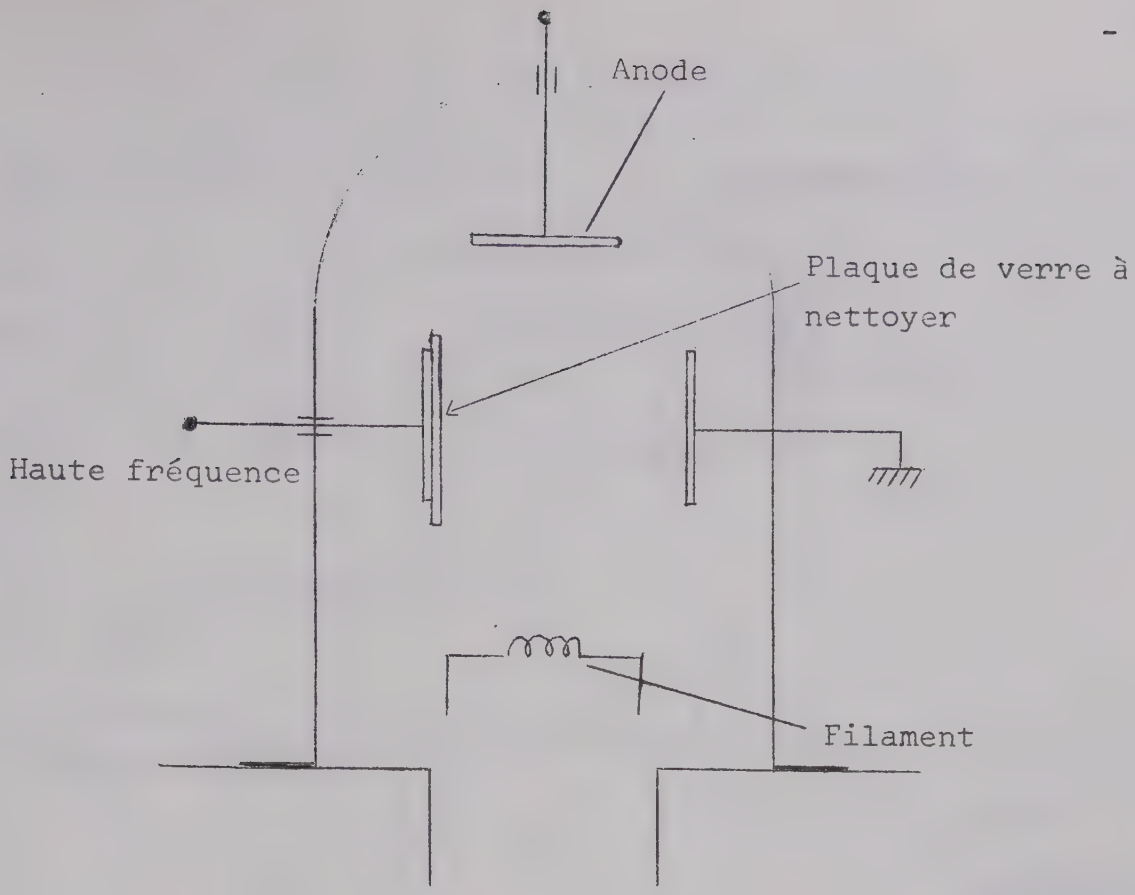


figure I-12

Cependant la mise en oeuvre de ce dispositif pour l'obtention de couches minces est assez complexe et l'épaisseur des dépots obtenus n'est pas uniforme.

I-4-3 PULVERISATION CATHODIQUE RADIO FREQUENCE : SYSTEME DIODE

DAVIDSE et MAISSEL montrèrent en 1965 qu'une décharge lumineuse entretenue par une tension radio fréquence pouvait se maintenir elle même jusqu'à une pression de l'ordre de 2.10^{-3} Torr. Cette pression peut être réduite à 5.10^{-4} Torr si l'on superpose au champ haute fréquence un champ magnétique perpendiculaire à la cathode. On obtient alors le dispositif de pulvérisation diode radio fréquence dont le schéma est donné figure I-13

Il comprend :

- une enceinte à vide reliée à un groupe de pompage
- 2 électrodes
  - une cathode reliée au générateur radio fréquence.

Le condensateur C en série avec la cible permet de maintenir l'effet d'autopolarisation lorsque celle-ci est conductrice. On peut ainsi obtenir des dépots conducteurs ou isolants sans modification du dispositif.

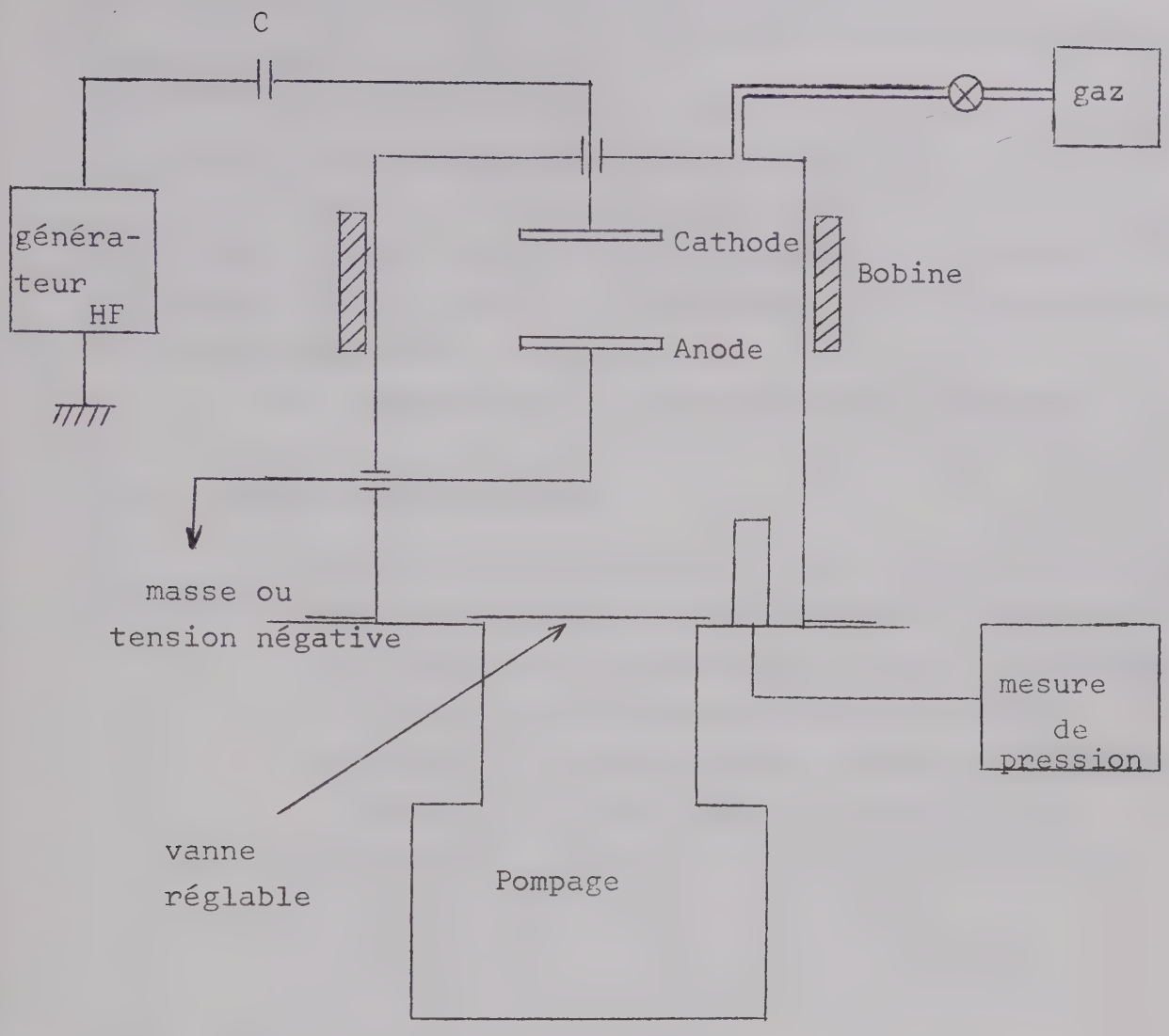


figure I-13

- une anode reliée soit à la masse soit à une tension négative (Bias Sputtering)
- un système d'introduction du gaz de décharge
- un appareil de mesure de la pression du gaz
- une bobine cylindrique créant un champ magnétique transversal.

Il apparait donc que la pulvérisation cathodique radio fréquence système diode avec champ magnétique permet :

- de pulvériser des matériaux conducteurs ou diélectriques
- de travailler à une pression relativement basse

permettant d'obtenir des dépôts de bonne pureté.

- de s'adapter ultérieurement à des procédés de pulvérisation cathodique réactive.

- d'obtenir des dépots dont l'uniformité est relativement bonne avec des cathodes planes de dimensions réduites

- enfin de nouveaux développements et sa mise en oeuvre assez aisée en font une technique universelle et simple de dépot de couches minces malgré un échauffement assez important de la cible et du substrat.

I-5 PARAMETRES DE LA PULVERISATION CATHODIQUE

I-5-1 PULVERISATION CONTINUE

En pulvérisation continue on peut imposer certains paramètres de la décharge qui sont indépendants entr'eux, ce sont :

- la pression et la composition du gaz de décharge
- la tension continue appliquée sur la cible
- la géométrie des électrodes (surface et distance)
- l'intensité du champ magnétique extérieur

Les paramètres suivants sont alors déterminés

- l'intensité du courant de décharge
- l'épaisseur de la zone sombre de Crookes
- la température à la surface du substrat.

I-5-2 PULVERISATION RADIO FREQUENCE

La décharge radio fréquence ressemble fortement à une décharge sous tension continue. Le paramètre nouveau est la puissance haute fréquence fournie par le générateur. La pression du gaz, la géométrie du système et l'intensité du champ magnétique sont toujours des éléments indépendants par contre la tension continue de polarisation de la cible est imposée.

Un second paramètre très important introduit par la radio fréquence est l'impédance de la décharge luminescente. On sait en effet que le transfert de puissance entre un générateur et une charge est maximum lorsque les impédances du générateur et de la charge sont égales.

Or l'impédance d'une décharge luminescente est une grandeur essentiellement variable qui dépend entr'autre de la pression du gaz et de la géométrie des électrodes. Tout système de pulvérisation cathodique radio fréquence devra donc comporter un dispositif permettant d'adapter à tout instant l'impédance de la décharge à celle du générateur haute fréquence.

I-5-3 INFLUENCE DE LA PRESSION DU GAZ SUR LES AUTRES PARAMETRES

Au cours d'une manipulation de pulvérisation cathodique il est fondamental que les paramètres soient stables de façon à obtenir des résultats reproductibles. Or il se révèle que sans précautions particulières, par suite de l'échauffement à l'intérieur de l'enceinte, la pression du gaz de décharge varie constamment. Cette augmentation de pression entraine une variation de la densité du courant ionique et par suite une augmentation de la vitesse de pulvérisation.

Expérimentalement on peut mettre en évidence cette augmentation de la vitesse de pulvérisation uniquement dans le cas où la distance cible substrat est inférieure au libre parcours moyen des atomes pulvérisés. HANAU [13] et STOCKER [14] ont étudié les variations de la vitesse de pulvérisation dans le cas de pressions élevées où le libre parcours moyen des atomes est inférieur à la distance cible-substrat. La figure I-14 montre les résultats de STOCKER pour du molybdène pulvérisé en continu par du néon.

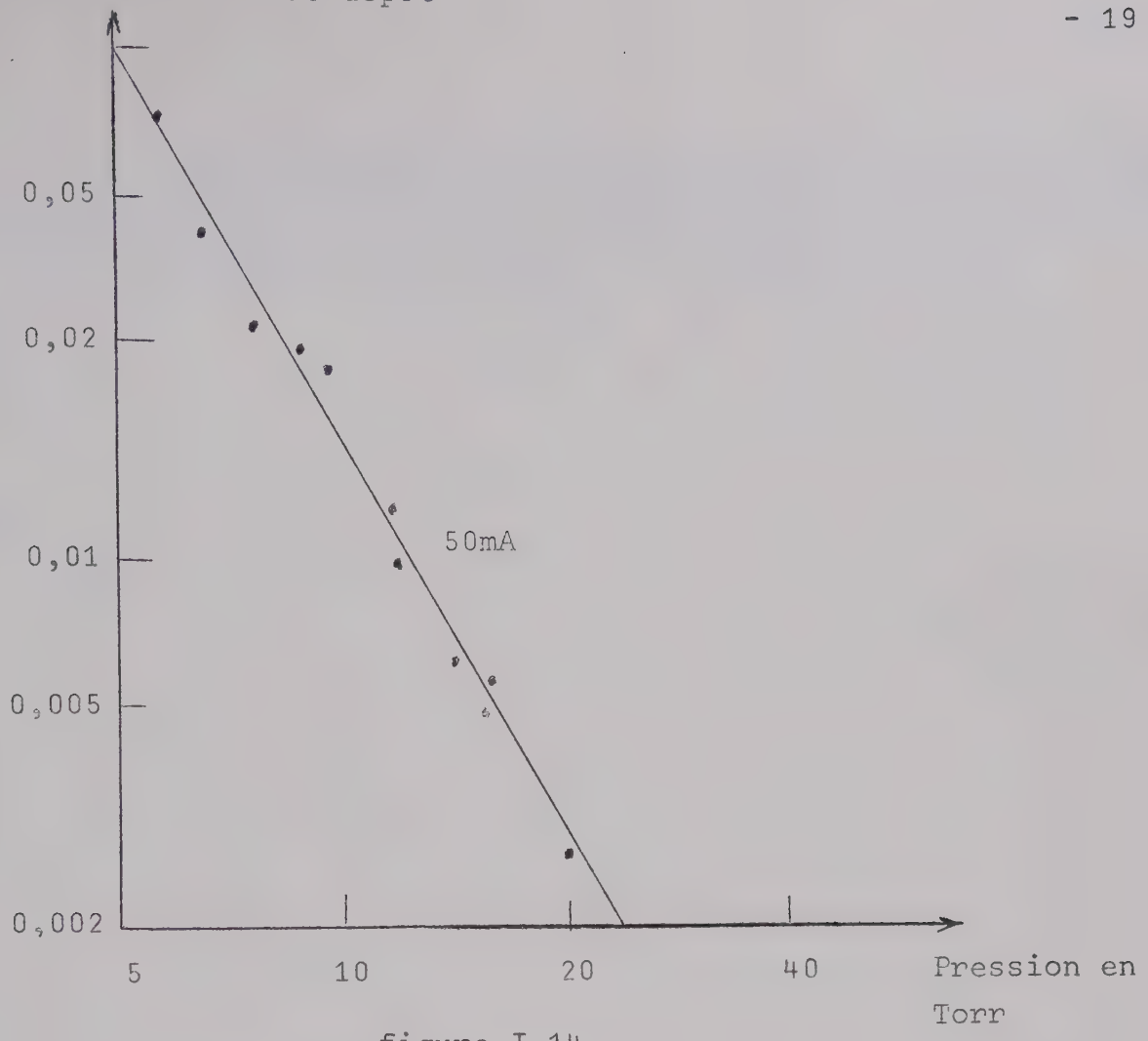


figure I-14

La vitesse de dépot M est donnée par la relation

$$M = C \left(\frac{I}{P}\right)^{2,5}$$

où C est une constante, I est le courant de décharge et P la pression.

Il semblerait donc qu'il existe entre, ces deux cas une pression optimum du gaz de décharge pour laquelle la vitesse de dépot est maximum.

Dans le cas de la pulvérisation radio fréquence, la stabilité de la pression est encore plus importante puisque l'impédance de la décharge lui est directement liée. UNe variation de pression pendant la manipulation entraine une retouche continuelle du dispositif adaptateur d'impédance.

Il semble donc intéressant pour la stabilité des paramètres de la pulvérisation de réaliser un régulateur de pression du gaz de décharge à l'intérieur de l'enceinte à vide.

CHAPITRE II

SERVOMECANISME REGULATEUR DE PRESSION D'ARGON A L'INTERIEUR DE L'ENCEINTE A VIDE

II-I- APPAREILLAGE UTILISE

II-1-1- LE GROUPE A ULTRA-VIDE

L'installation de pompage utilisée est un groupe ultra vide qui rassemble les cinq fonctions principales suivantes (figure II-1) et (II-2)

- un dispositif de pompage primaire et secondaire
- un ensemble de baffles et de pièges
- une enceinte de travail
- un dispositif d'étuvage
- un ensemble de coffrets de mesure.

- Pompage

Le pompage primaire est assuré par une pompe rotative à palettes (1) à deux étages dont la vitesse de pompage est de 35 m^3/h. Cette pompe permet d'obtenir un vide primaire de l'ordre de 5.10^{-3} Torr.

Le poste de pompage secondaire se compose de deux pompes à diffusion d'huile montées en série. La pompe principale (2) en liaison avec l'enceinte a une vitesse de pompage de 1500 l/s alors que la seconde (3) en liaison avec la pompe mécanique a une vitesse de 170 l/s.

Entre la pompe à palettes et la pompe à diffusion (3), une vanne électromagnétique d'entrée d'air a été intercalée ce qui évite lors de la remise à la pression atmosphérique que l'huile de la pompe mécanique ne remonte jusqu'à l'enceinte.

Cet ensemble de pompes primaire et secondaire permet d'obtenir une vitesse de pompage supérieure à 400 l/s pour les gaz permanents et de 4000l/s pour la vapeur d'eau.

- dispositifs de piègeage

Le système de baffles comprend :

- un baffle à refroidissement par eau (4) situé au dessus de la pompe à diffusion (2)
- un baffle à adsorption à refroidissement par eau (5)
- un baffle à adsorption à refroidissement par azote liquide (6) qui constitue en même temps un piège MEISSNER
- un piège à refroidissement par azote liquide (7) constitué de deux sections entre lesquelles est insérée une pompe à sublimation de titane (8).

Dans cette disposition, le titane est évaporé sur les surfaces froides du piège à azote liquide et du piège Meissner ce qui porte la vitesse de pompage des gaz permanents dans l'enceinte à 2000 l/s.

Entre les baffles à eau et les pièges à azote liquide est incorporée une vanne à clapet (9) à fuite controlable séparant la pompe à diffusion et le baffle à eau de l'enceinte. On peut obtenir lorsque cette vanne est fermée une différence de pression importante entre la chambre de travail et la pompe à diffusion. Ce facteur très important de la pulvérisation cathodique permet de travailler dans l'enceinte à une pression de 10^{-2} Torr tout en maintenant au dessus de la pompe à diffusion une pression de 10^{-4} Torr, le baffle à eau garde ainsi sa pleine efficacité.

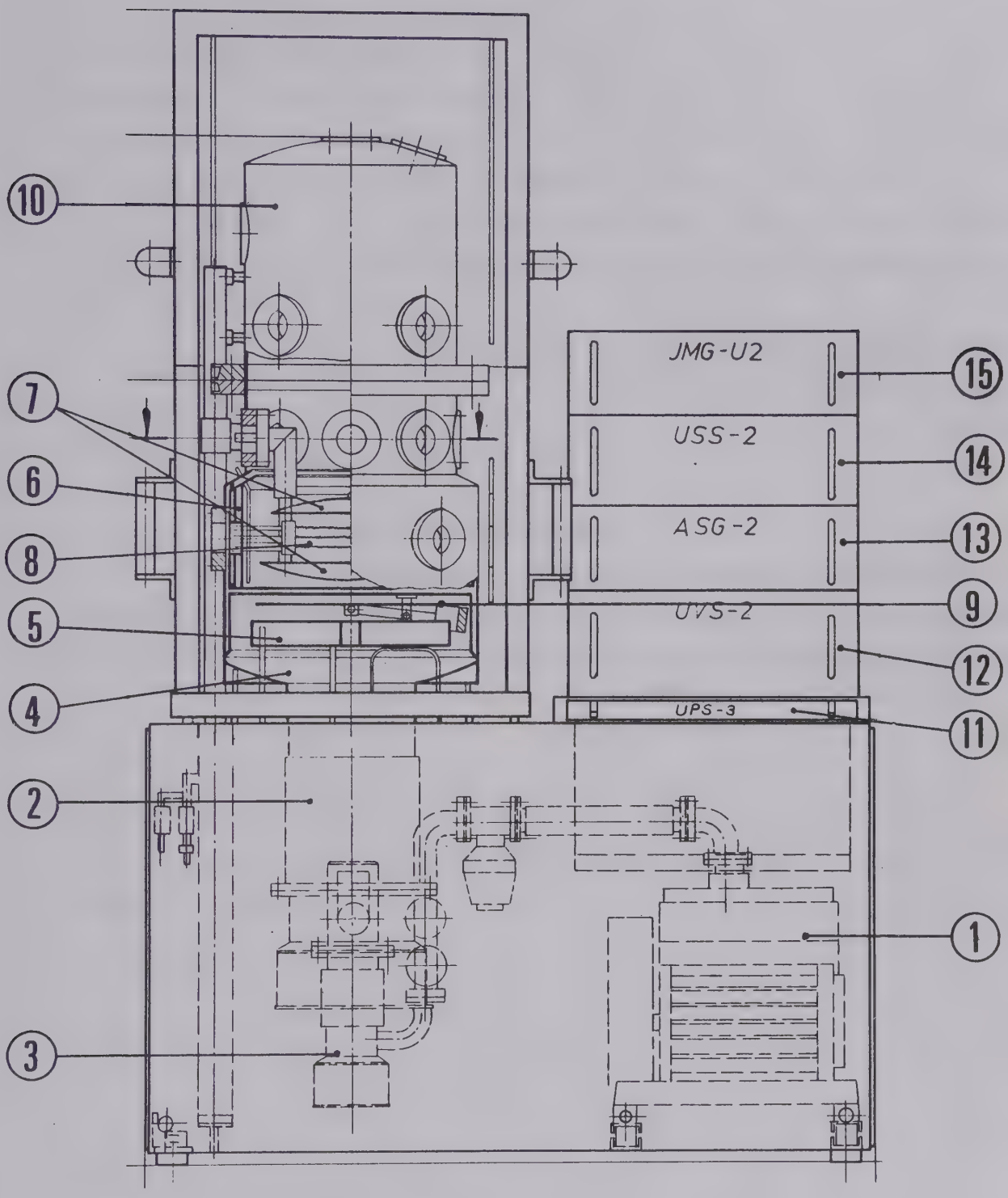


FIGURE II-1

- Enceinte de travail

La cloche (10) constituant l'enceinte à vide est réalisée en acier inoxydable. Son diamètre intérieur est de 345 mm et sa hauteur 450 mm. Elle possède cinq brides de raccordement dont deux sont équipées de hublots. La bride principale constituant l'embase de la cloche peut recevoir soit un joint métallique (or) pour l'étuvage à 450°C soit un joint viton. Dans ce cas une circulation d'eau à l'intérieur de la bride permet néanmoins d'étuver l'ensemble à 150°C.

L'enceinte utilisée sur ce groupe est à simple paroi. Il aurait été préférable pour la pulvérisation cathodique que cette cloche soit à double paroi avec une circulation d'eau pour éviter le dégazage pendant la pulvérisation.

- Dispositif d'étuvage

Il est fondamental pour un système de pulvérisation cathodique que les gaz adsorbés par l'enceinte de travail puissent être éliminés avant l'introduction du gaz de décharge. Un dispositif d'étuvage de la cloche et du système de baffles permet de porter la température de l'ensemble à 450°C dans le cas où l'on n'utilise que des joints métalliques et à 150°C si l'on utilise un joint viton.

La figure II-3 montre une photographie du système d'étuvage en position.

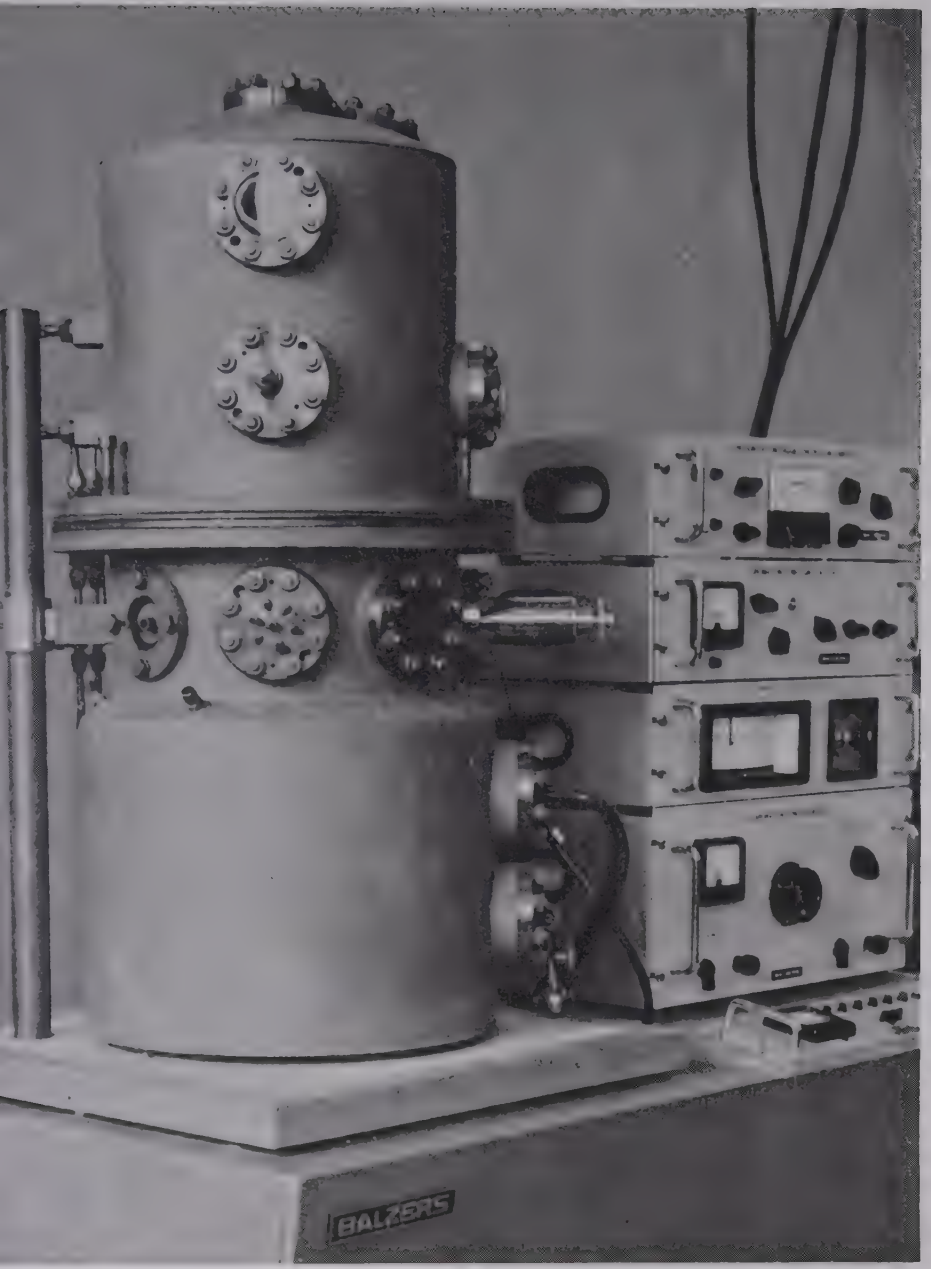


FIGURE II-2

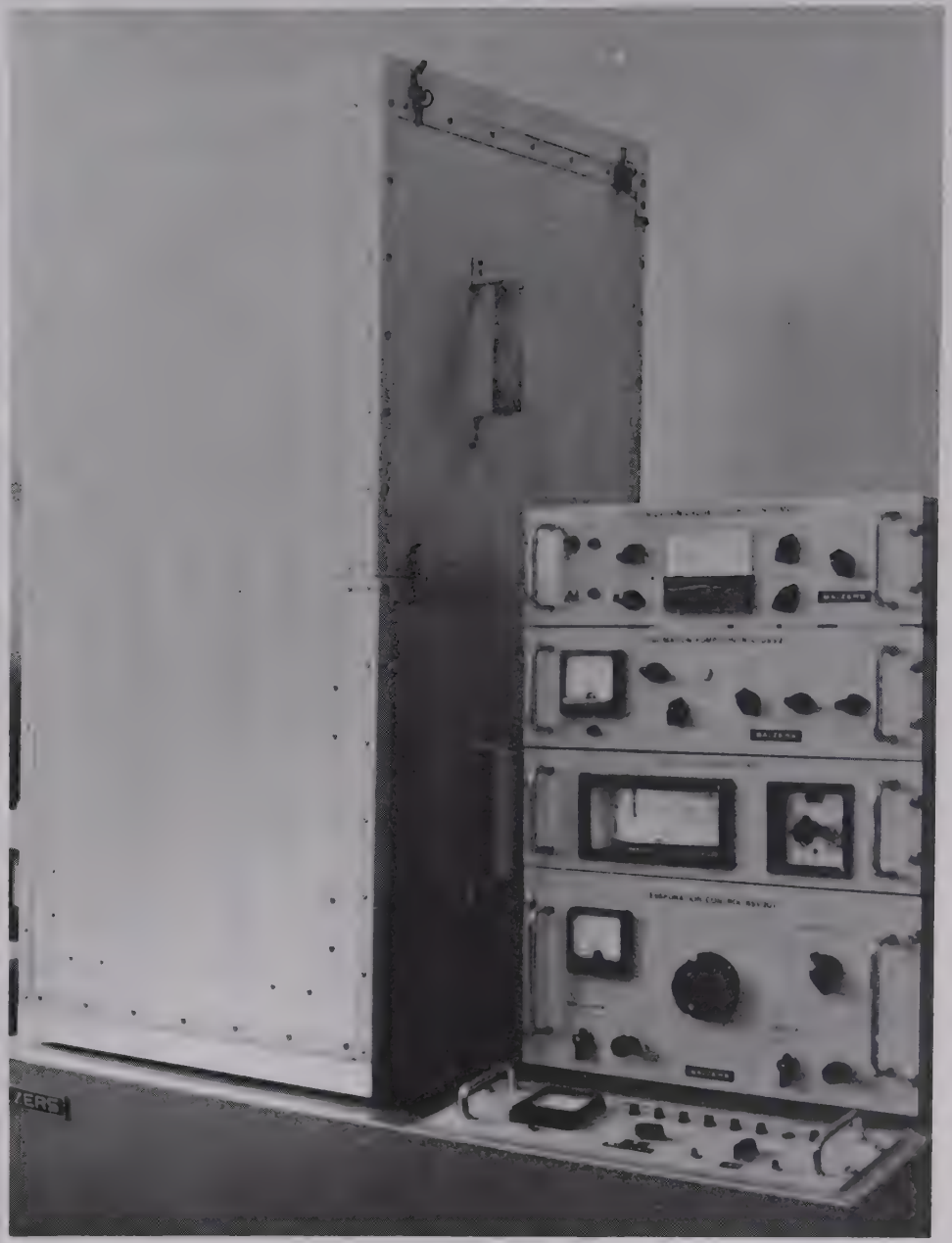


FIGURE II-3

- Coffrets de mesure

Le poste de pompage est équipé d'une commande entièrement automatique. Le coffret de commande (11) encastré dans le bâti du groupe surveille :

- l'alimentation triphasée
- le débit d'eau de refroidissement qui garantit le fonctionnement correct des baffles et des pompes à diffusion.
- la pression du vide primaire mesurée à l'aide d'une jauge de Pirani située entre la vanne électromagnétique et la sortie de la pompe à diffusion (3).

Le groupe est équipé en outre de :

- 1 coffret d'évaporation (12)
- 1 coffret permettant de programmer la température et la durée d'étuvage (13)
- 1 coffret de commande de la pompe à titane (14)
- 1 coffret de mesure du vide (15) associé à une tête de jauge type BAYARD-ALPERT qui permet de mesurer la pression à l'intérieur de l'enceinte entre 10^{-3} et 10^{-13} Torr.

- Performances du groupe de pompage

Nous avons utilisé ce groupe de pompage en système conventionnel à vide élevé. Toutes les brides de raccordement de la cloche et du bâti de pompage sont équipées de joints métalliques excepté l'embase de la cloche qui est munie d'un joint en viton. Cette disposition nous permet une ouverture et une fermeture rapide de l'enceinte à vide.

La figure II-4 montre la courbe du pompage du groupe en fonction du temps de fonctionnement.

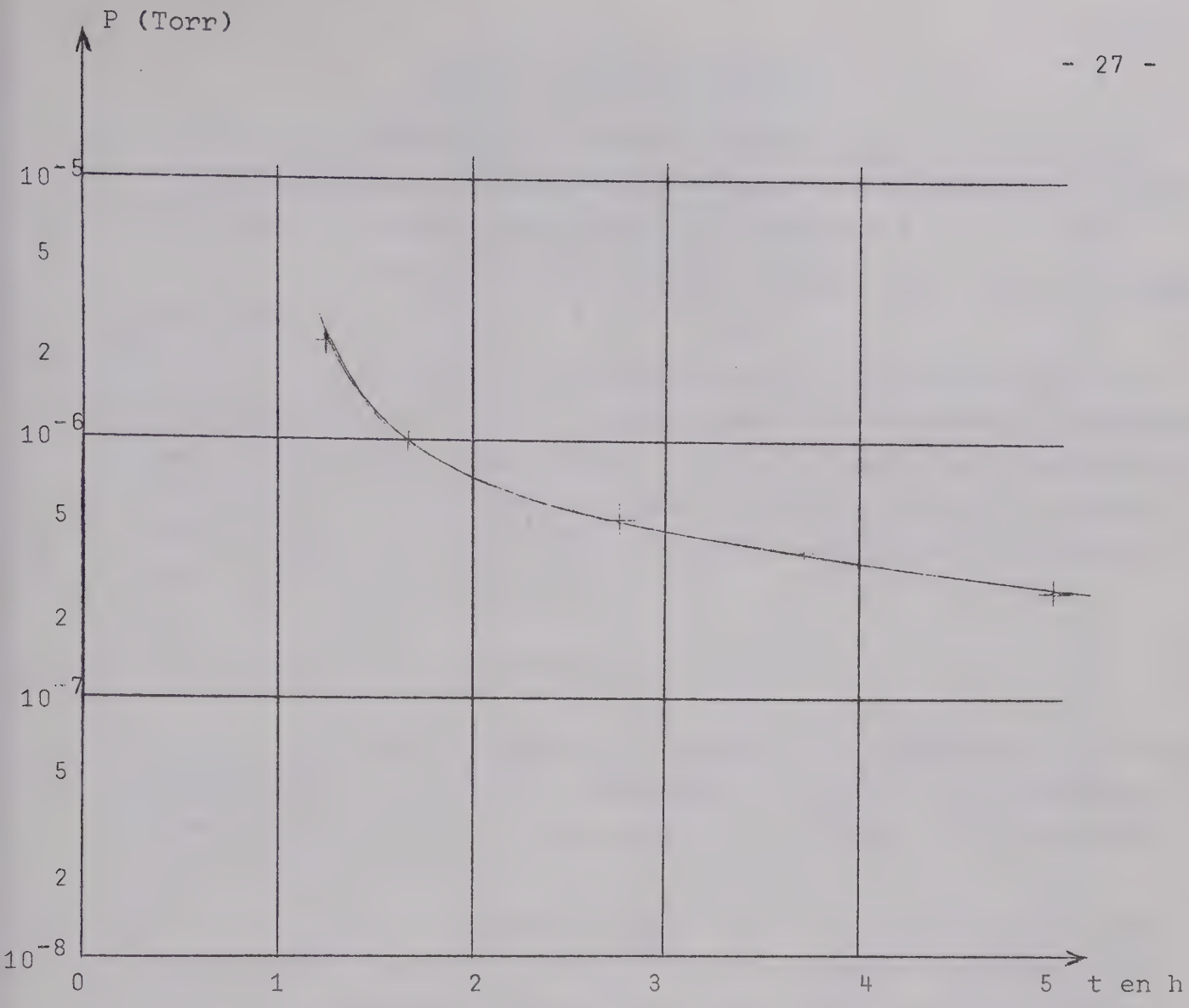
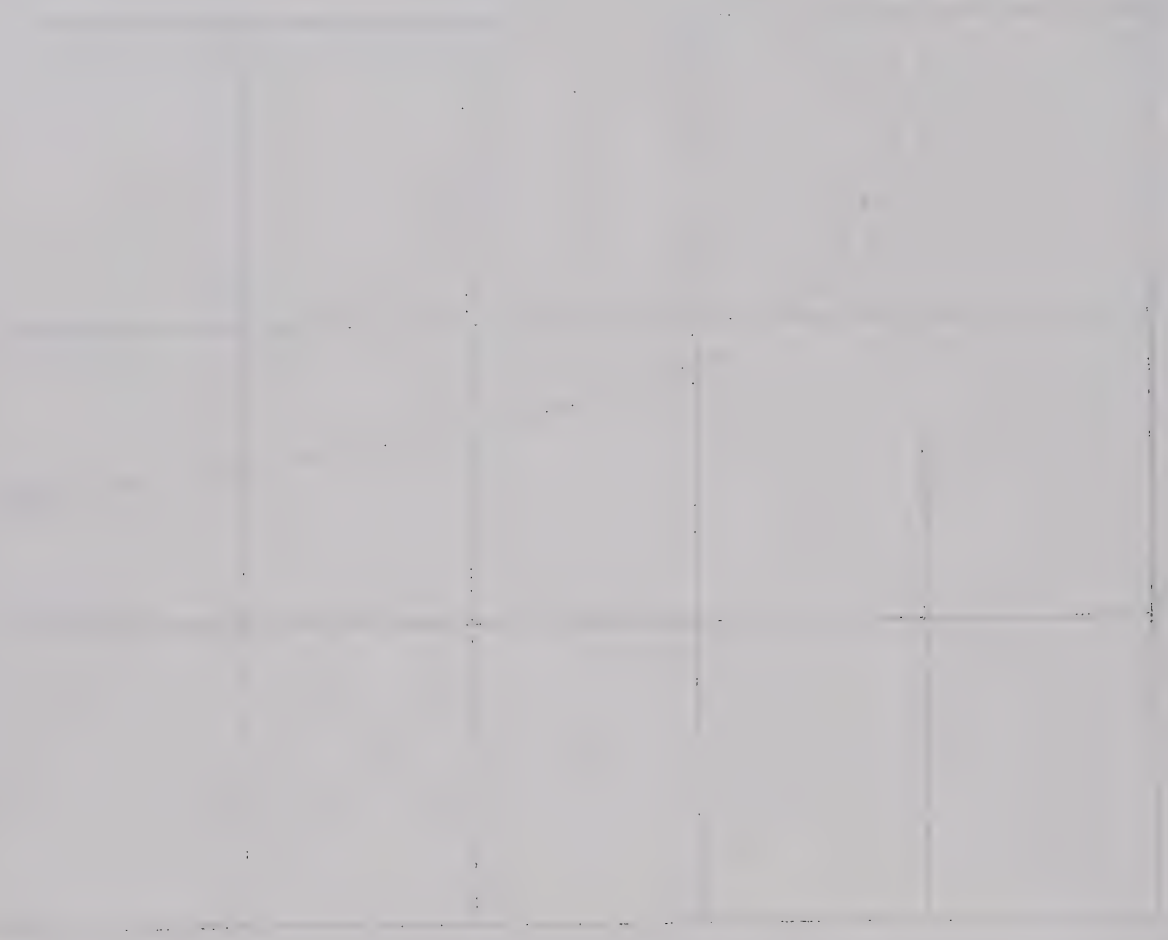


figure II-4

Une pression de l'ordre de 10^{-6} Torr est atteinte après environ 1H40 de fonctionnement dans le cas où le piègeage est assuré uniquement par les baffles à eau. La pression limite après une nuit de pompage est de l'ordre de 6 10^{-8} Torr.

Suivant les conditions de travail nous avons obtenu les performances suivantes :

- Etuvage du groupe pendant 4 heures à 150°C. Pendant cet étuvage la bride de raccordement de la cloche, équipée d'un joint viton, est maintenue à 80°C par une circulation d'eau chaude extérieure. La pression limite atteinte après refroidissement est de 6 10^{-9} Torr.



- Introduction d'azote liquide dans les deux pièges et refroidissement à 17°C du joint viton. Cette opération effectuée après l'étuvage nous permet de descendre à 5.10^{-10} Torr.

- Enfin une évaporation de titane nous donne une pression finale de l'ordre de 2.10^{-10} Torr.

Une analyse de gaz résiduels à l'intérieur de l'enceinte que nous décrivons ultérieurement nous a permis de montrer que le vide obtenu est un vide propre. Le taux d'hydrocarbures à l'intérieur de l'enceinte est très faible ce qui est un facteur déterminant pour l'obtention de couches minces de bonne pureté par pulvérisation cathodique.

II-1-2 DISPOSITIF D'INTRODUCTION D'ARGON

Le gaz de décharge utilisé est de l'argon N55 de l'air liquide dont la pureté est supérieure à 99,995 %. Un détendeur permet de faire varier la pression à la sortie de la bouteille entre 1 et 10 bars.

Pour introduire l'argon dans l'enceinte à vide, nous avons utilisé du tube d'inox de 2 mm de diamètre soudé sur une bride de raccordement. Cette bride est rapportée sur le groupe avec un joint métallique ce qui nous permet de conserver la possibilité d'étuver l'enceinte.

L'organe essentiel du dispositif d'introduction d'argon est la vanne qui règle de débit de gaz injecté dans l'enceinte.

Après divers essais effectués avec différentes vannes que nous possédions au laboratoire, nous avons utilisé un robinet à aiguille SPEEDIVAC type LB2A.

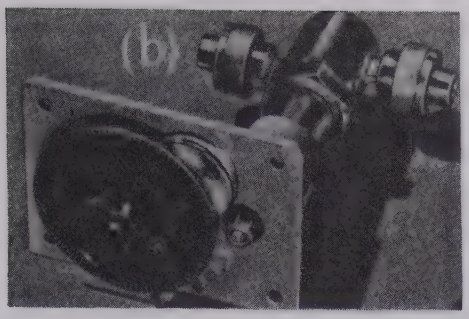


FIGURE II-7

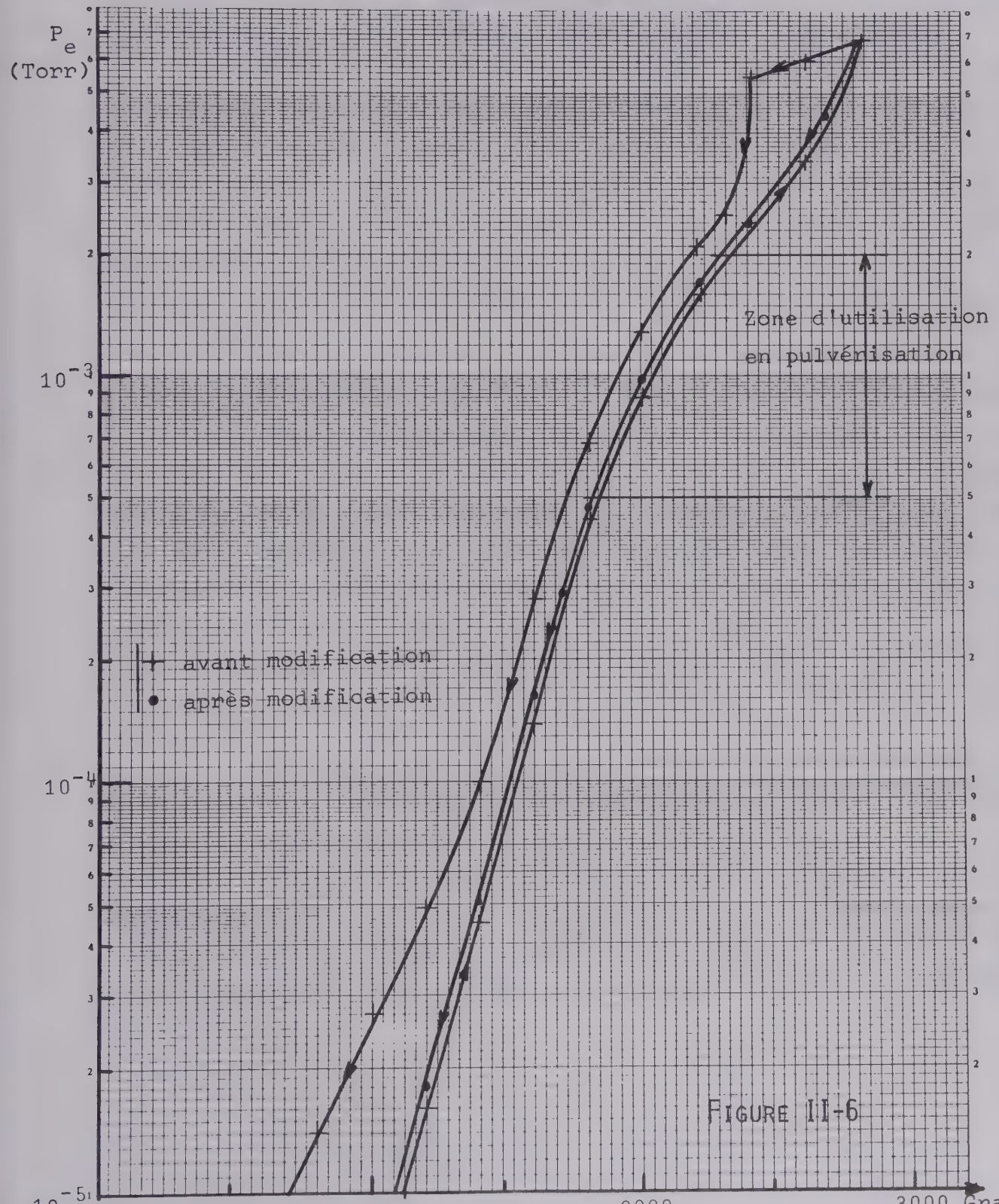


FIGURE II-6

La figure II-5 fait apparaitre le corps de la vanne monté sur panneau avec démultiplication par levier incorporé et butée réglable de zéro.

Nous avons relevé à la figure II-6 la courbe donnant la pression d'argon à l'intérieur de l'enceinte en fonction des graduations de la vanne. Durant cette manipulation la pression était mesurée par la jauge BAYARD-ALPERT étalonnée pour l'argon.

Cette courbe fait apparaitre un certain nombre de défauts préjudiciables à un organe de système asservi. Notemment à l'inversion de rotation, cette vanne présente un jeu mécanique assez important. Nous avons remédié à ces défauts en diminuant le jeu du dispositif de démultiplication et en éliminant certains frottements à l'intérieur de la vanne.

La figure II-6 montre la courbe obtenue après ces modifications.

II-1-3 MESURE DE LA PRESSION D'ARGON A L'INTERIEUR DE L'ENCEINTE

Comme nous l'avons déjà évoqué, le groupe à ultra vide possède une jauge à ionisation permettant des mesures précises de vide. Cette jauge s'est révélée totalement inutilisable pendant le fonctionnement de la pulvérisation cathodique radio fréquence. En effet d'une part dès la mise en fonctionnement du générateur haute fréquence et bien que la décharge luminescente ne soit pas amorcée, il se produit une polarisation de l'étage d'entrée du coffret de mesure qui fonctionne à très haute impédance et l'appareil ne donne alors aucune indication valable.

D'autre part même en cas de pulvérisation continue le courant d'ions créés par la tête de jauge est perturbé par les ions de la décharge luminescente.

Nous avons alors cherché à utiliser une jauge thermocouple associée à un coffret de mesure dont la gamme comprise entre 10^{-2} et 10^{-4} Torr était parfaitement adaptée à la pulvérisation cathodique. Cet ensemble de mesure de pression s'est révélé

totalement insensible au champ haute fréquence et à l'ionisation du gaz. Par contre il nous a été impossible de l'employer du fait de son temps de réponse très important.

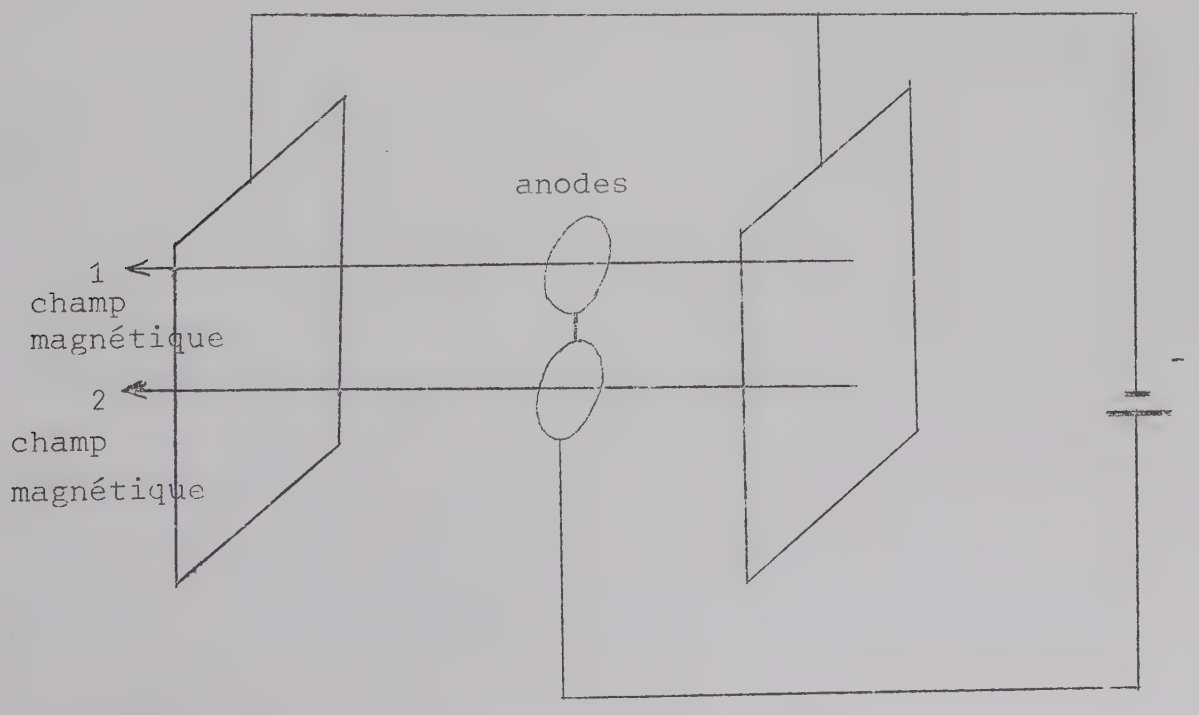
La figure II-7 relevée sur un enregistreur 2 voies montre la réponse de l'ensemble, groupe de pompage et dispositif de mesure à thermocouple, à un échelon de pression de l'ordre de 5.10^{-3} Torr. (figure gauche)

Dans les mêmes conditions l'enregistrement relevé avec la jauge à ionisation (figure droite) montre bien que la constante de temps de 12 secondes trouvée sur le premier enregistrement est uniquement due à la jauge thermocouple.

Nous avons alors pensé à utiliser un troisième type de jauge que nous possédions au laboratoire fonctionnant sur le principe de la jauge de PENNING. Il s'agit d'un manomètre à ionisation à cathode froide ALCATEL type CF2P associé à un coffret de mesure.

La jauge CF2P fonctionne sur le principe de la jauge de Penning extension du principe du tube à décharge aux mesures de pression dans un domaine inférieur à 10^{-2} Torr.

Elle comporte une anode et une cathode entre lesquelles existe un champ électrique auquel on a superposé deux champs magnétiques longitudinaux.



Du fait de ces deux champs magnétiques distincts, le plasma entre les électrodes se trouve scindé en deux et la distance entre ces deux plasmas est telle que une perturbation apparaissant sur l'un ne se propage pas sur l'autre.

D'autre part le plasma situé à l'entrée protège le plasma situé au fond de la tête de jauge en détruisant les vapeurs d'hdrocarbures qui tentent de pénétrer dans la chambre.

Cette réalisation pratique fournit une jauge qui se pollue très peu et dont la gamme de mesures s'étend de 10^{-2} à 10^{-6} Torr.

Nous avons tracé à la figure II-8 la tension issue de la sortie enregistreur du coffret de jauge en fonction de la pression à l'intérieur de l'enceinte. Cette tension est une fonction logarithmique de la pression tout comme l'échelle du galvanomètre indiquant la pression.

Placée successivement en différents endroits de la cloche, cette jauge a toujours donné une mesure constante non influencée par le champ haute fréquence et par le plasma de la décharge. De plus le temps de réponse de ce système de mesure étant du même ordre que celui de la jauge Bayard-Alpert nous avons choisi de l'utiliser comme organe de mesure de notre servomécanisme régulateur de pressiond'argon.

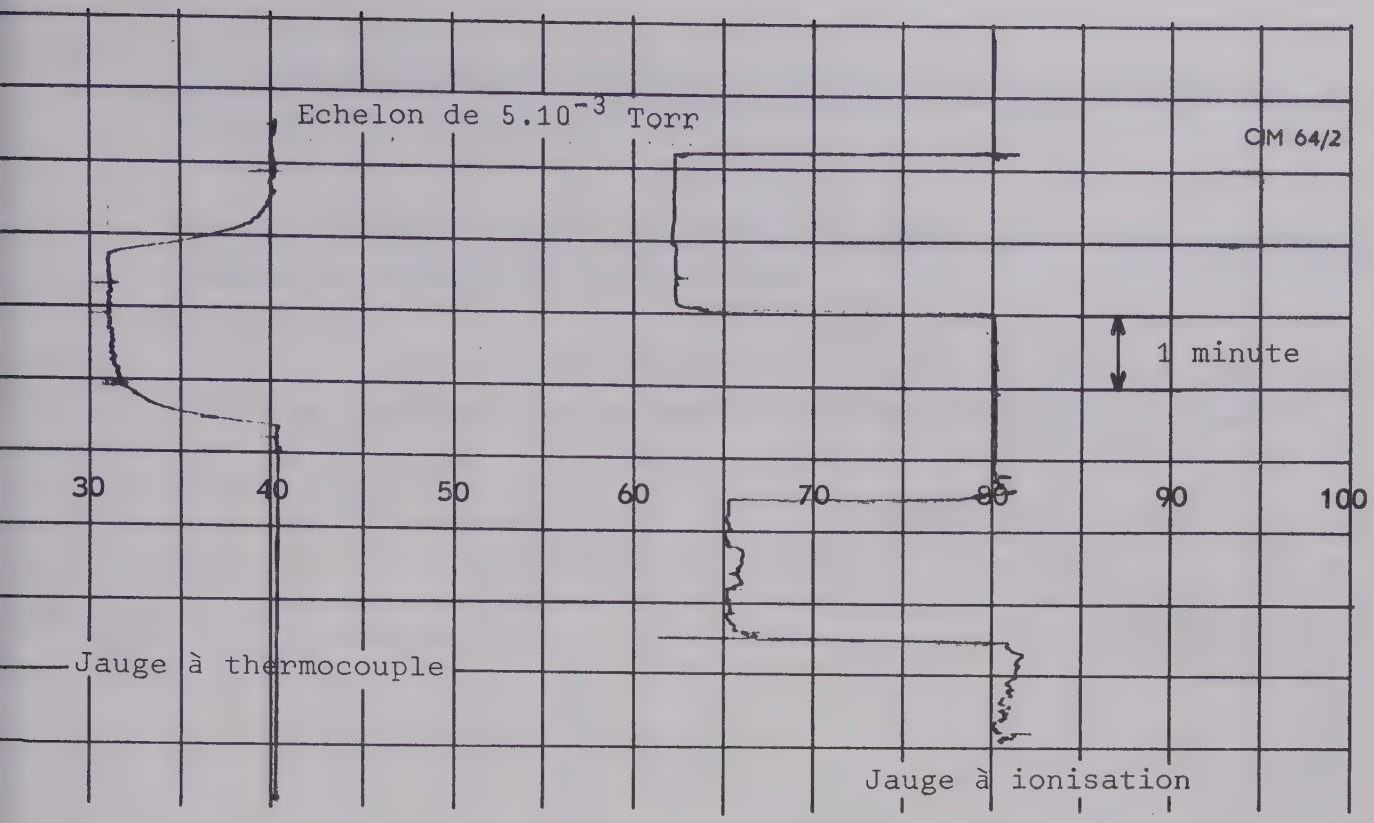


FIGURE II-7

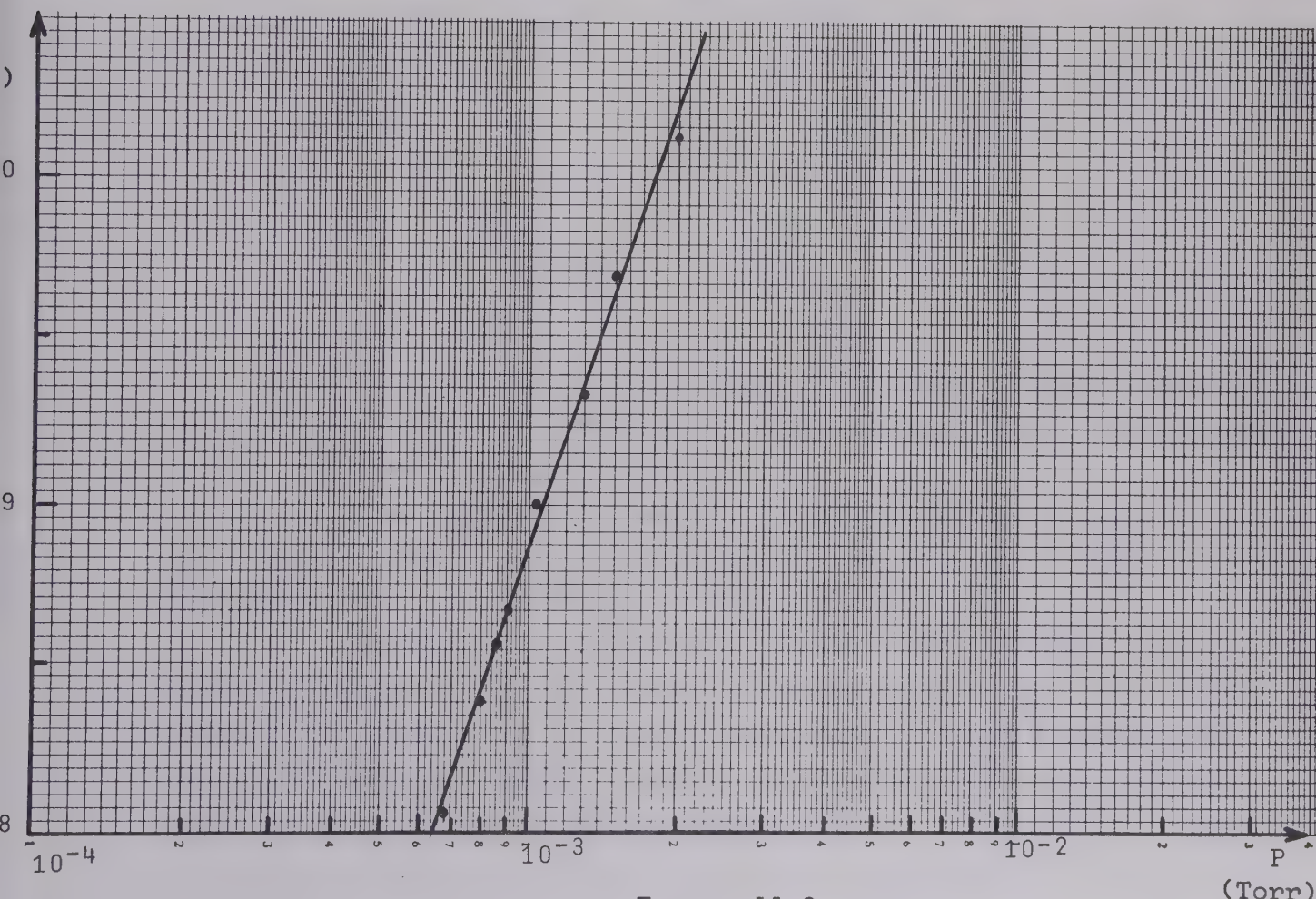
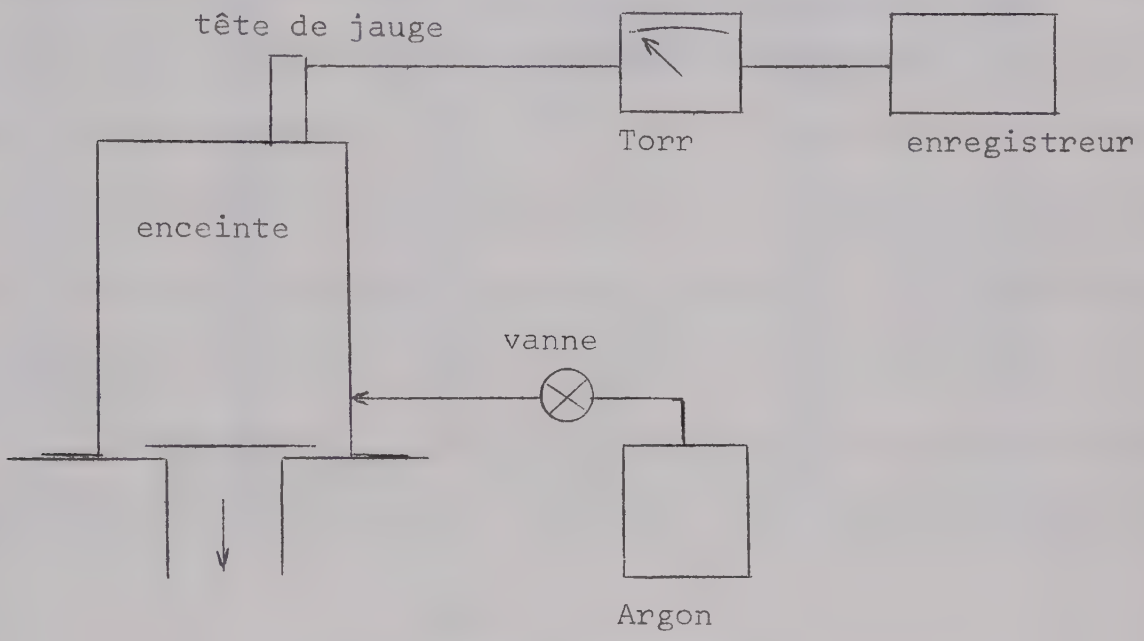


FIGURE II-8

II-2 DETERMINATION EXPERIMENTALE DES PARAMETRES DU SYSTEME A REGULER

II-2-1 REPONSE DU SYSTEME VANNE + GROUPE DE POMPAGE + JAUGE DE MESURE A UN ECHELON DE PRESSION

Afin de déterminer la fonction de transfert de notre système à asservir nous avons effectué le montage suivant



A l'aide de la vanne nous effectuons plusieurs échelons de pression (que nous définirons ultérieurement) et nous enregistrons la réponse correspondante.

Cette méthode présente des avantages certains sur la méthode des essais en fréquence qui nécessite un générateur très basse fréquence et un enregistreur 2 voies.

La figure II-9 montre l'allure exponentielle de la réponse obtenue. Afin de savoir si cette courbe est celle d'un système du premier ou du second ordre nous allons rappeler les résultats généraux concernant la réponse à un échelon des systèmes du premier et du second ordre.

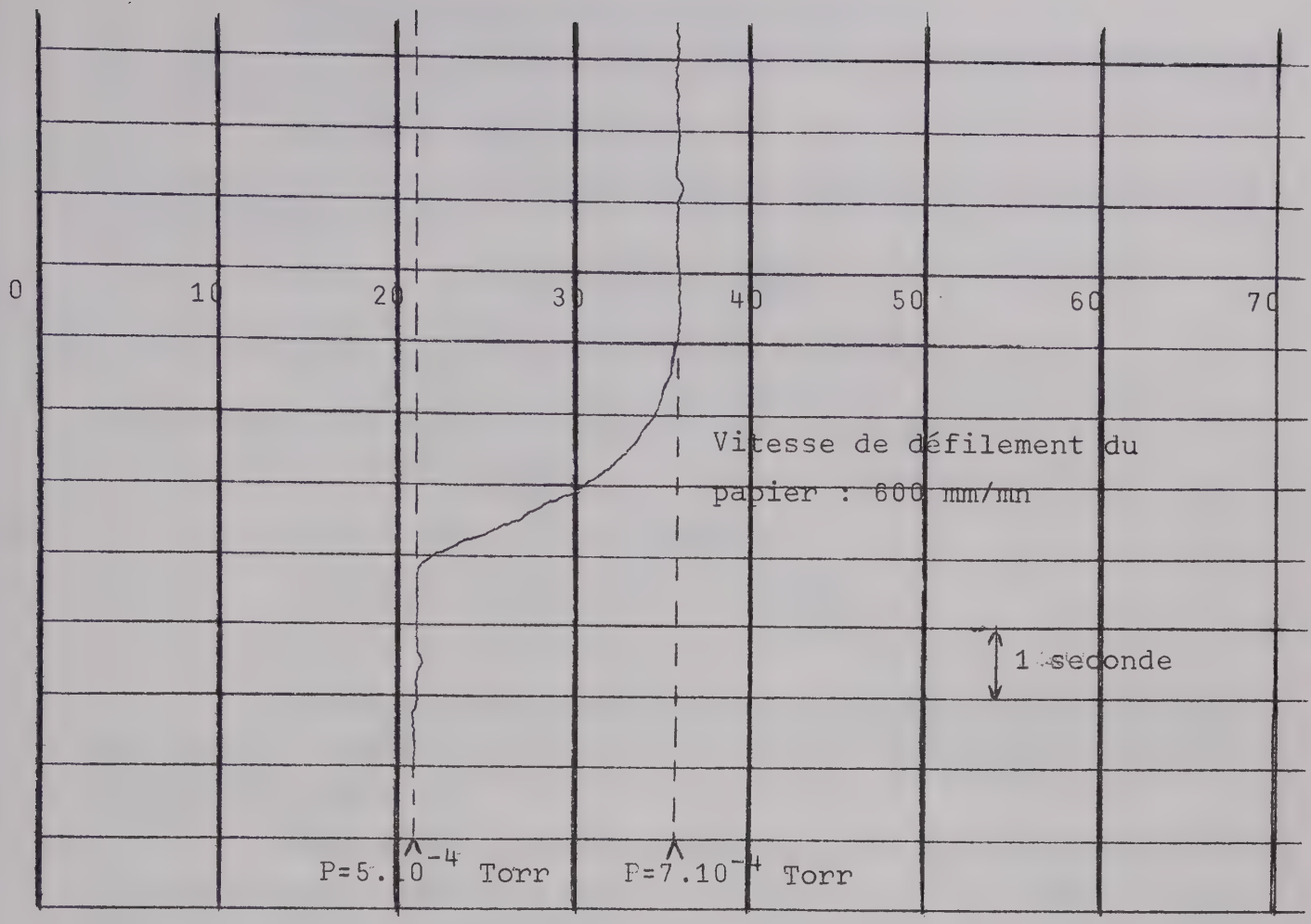


figure II-9

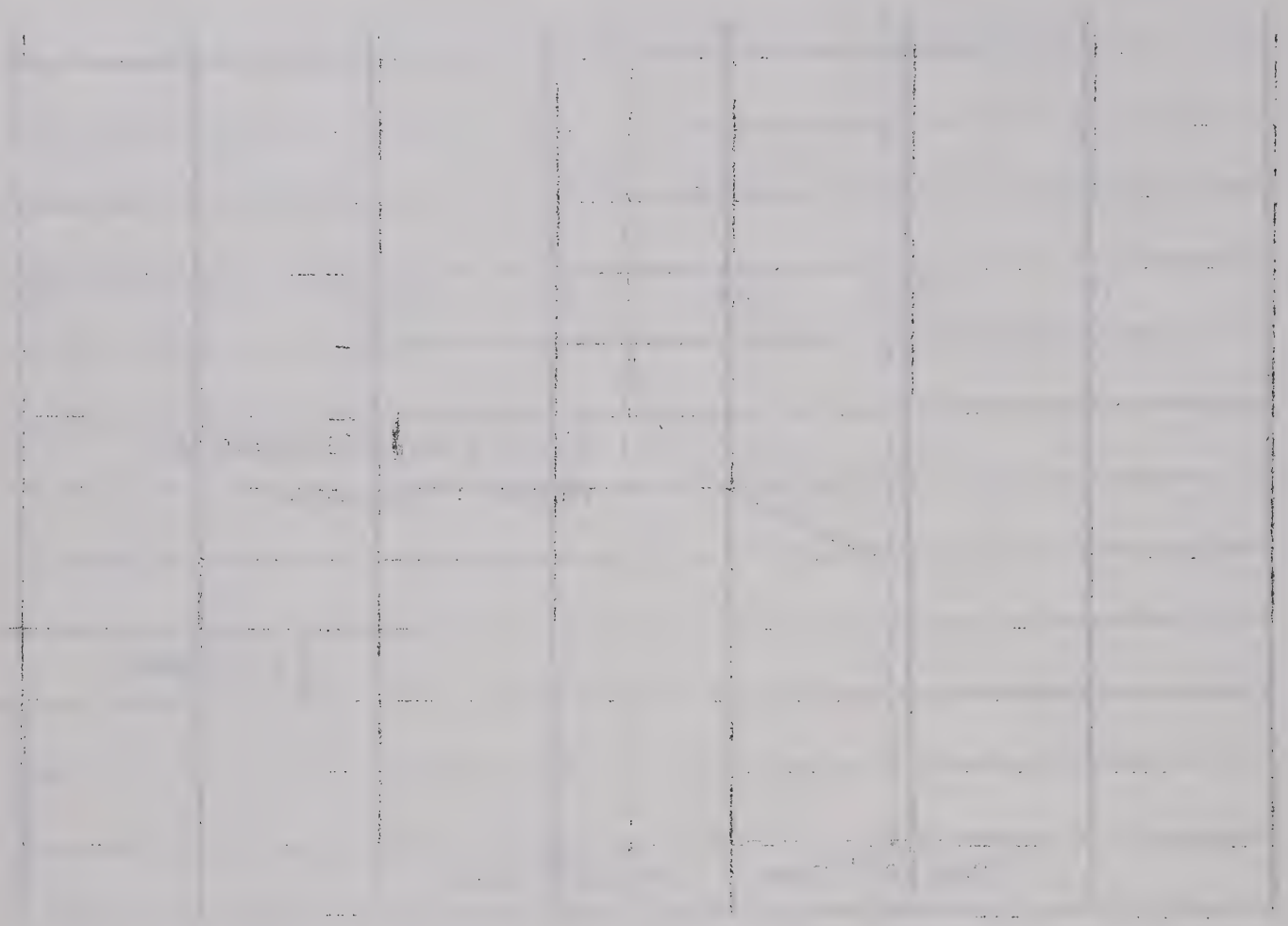
- Système du premier ordre

Un système du premier ordre est un système régi par une équation différentielle du type

$$T \frac{ds}{dt} + s(t) = K\, e(t) \quad (1)$$

où T est la constante de temps et K le gain statique.

Si l'on cherche à déterminer la réponse d'un tel système à une excitation quelconque e(t) on est amené à intégrer l'équation (1).



Procédons par la méthode de LAPLACE

Si l'on considère des conditions initiales nulles ce qui est le cas pour l'échelon on a

$$TpS(p) + S(p) = K\,E(p)$$

S(p) et E(p) sont les transformées de Laplace de la réponse s(t) et de l'entrée e(t)

soit $$H(p) = \frac{S(p)}{E(p)} = \frac{K}{1+Tp}$$

H(p) est la fonction de transfert du système.

Si l'entrée e(t) est un échelon on a $e(t) = e_o u(t)$ u(t) étant la fonction échelon unité

on obtient alors

$$S(p) = \frac{K}{1+Tp} \cdot \frac{e_o}{p} = \frac{Ke_o}{p(1+Tp)}$$

ce qui nous donne pour la sortie

$$s(t) = Ke_o\,(1-\exp^{-\frac{t}{T}})$$

La réponse à un échelon d'un système du premier ordre est donc la somme d'un régime transistoire exponentiel et d'un régime permanent Ke_o.

Nous avons tracé à la figure II-10 la réponse d'un système du premier ordre de gain statique K et de constante de temps T en utilisant en abscisse le temps réduit $u = \frac{t}{T}$ et en ordonnée le rapport $\frac{s(t)}{Ke_o}$

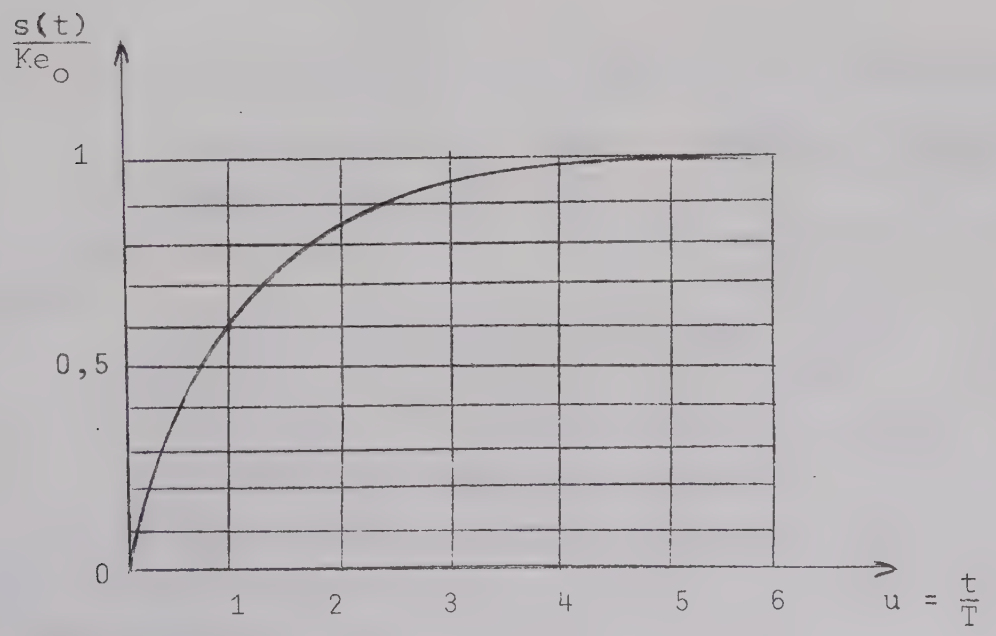


figure II-10

- Système du second ordre

C'est un système régi par une équation générale du type

$$B_2 \frac{d^2s}{dt^2} + B_1 \frac{ds}{dt} + B_o\, s(t) = A_o\, e(t) \quad (1)$$

où A_o, B_o, B_1, B_2 sont des constantes positives.

Les paramètres fondamentaux d'un tel système sont

- le gain statique $K = \frac{A_o}{B_o}$
- la fréquence propre non amortie $\omega n = \sqrt{\frac{B_o}{B_2}}$
- le facteur d'amortissement $z = \frac{B_1}{2\sqrt{B_o B_2}}$

L'équation (1) s'écrit alors

$$\frac{1}{\omega n^2} \frac{d^2s}{dt^2} + \frac{2z}{\omega n} \frac{ds}{dt} + s(t) = Ke(t)$$

Dans le cas où les conditions initiales sont nulles la réponse de ce système à une entrée e(t) est donnée par l'équation de LAPLACE.

$$\frac{p^2}{\omega n^2} S(p) + \frac{2zp}{\omega n} S(p) + S(p) = K\, E(p)$$

$$\text{Soit} \quad H(p) = \frac{S(p)}{E(p)} = \frac{K}{1 + \frac{2z}{\omega n} p + \frac{p^2}{\omega n^2}}$$

La réponse à un échelon sera donnée par

$$S(p) = \frac{Ke_o}{p\left(1+\frac{2z}{\omega n}p+\frac{p^2}{\omega n^2}\right)}$$

Suivant les valeurs des pôles de S(p) nous aurons

1) $z > 1$ 2 pôles distincts $S(p) = \frac{Ke_o}{p(1+T_1p)\,(1+T_2p)}$
et 1 pôle nul

T_1 et T_2 sont les 2 constantes de temps du système qui est alors hyperamorti.

2) $z = 1$ 2 pôles confondus et 1 pôle nul $S(p) = \frac{Ke_o}{p(1+Tp)^2}$
le système est à l'amortissement critique

3) $z < 1$ 1 pôle nul et 2 pôles imaginaires conjugués
le système est oscillatoire amorti.

La figure II-11 tracée en coordonnées réduites $x=\omega nt$ et $y = \frac{s(t)}{Ke_o}$ donne les réponses à un échelon d'un système du second ordre pour diverses valeurs de l'amortissement z.

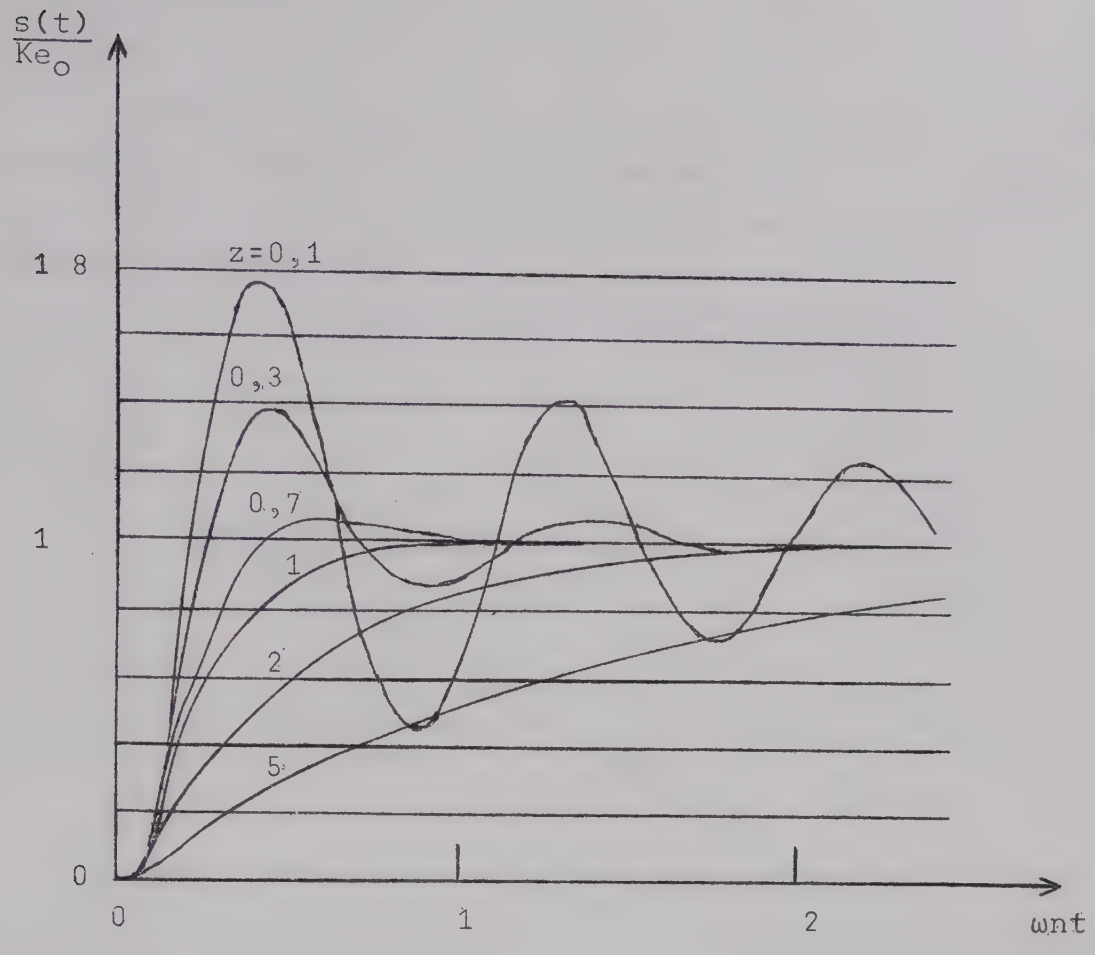


figure II-11

II-2-2 METHODE PRATIQUE POUR DETERMINER LE TYPE D'UN SYSTEME

Cette méthode mise au point par C.S. DRAPER (15) s'applique aux systèmes du 1er et du second ordre hyperamorti.

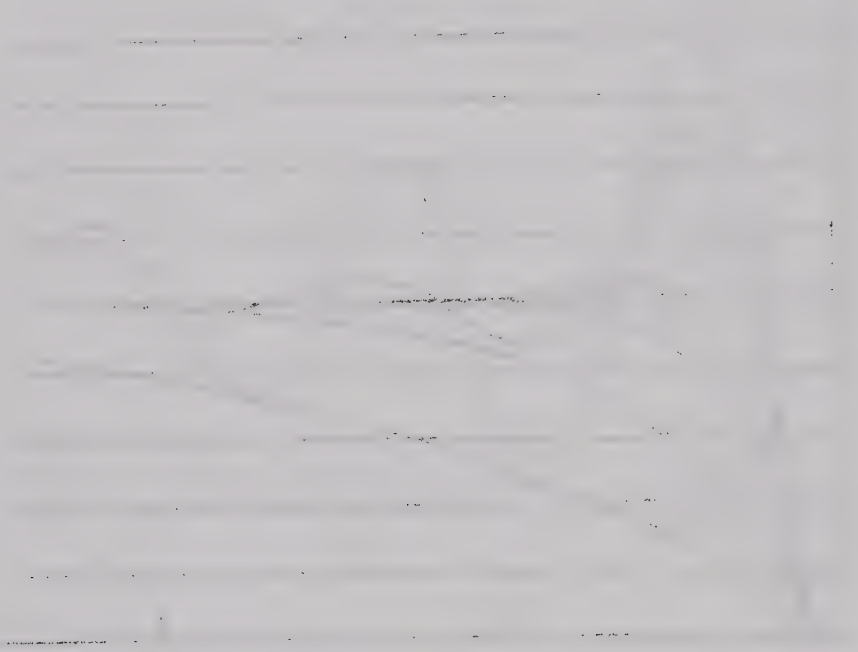
Elle consiste à tracer sur du papier semi-logarithmique la réponse Keo-s(t) à un échelon.

- le système est du 1er ordre

on a vu que

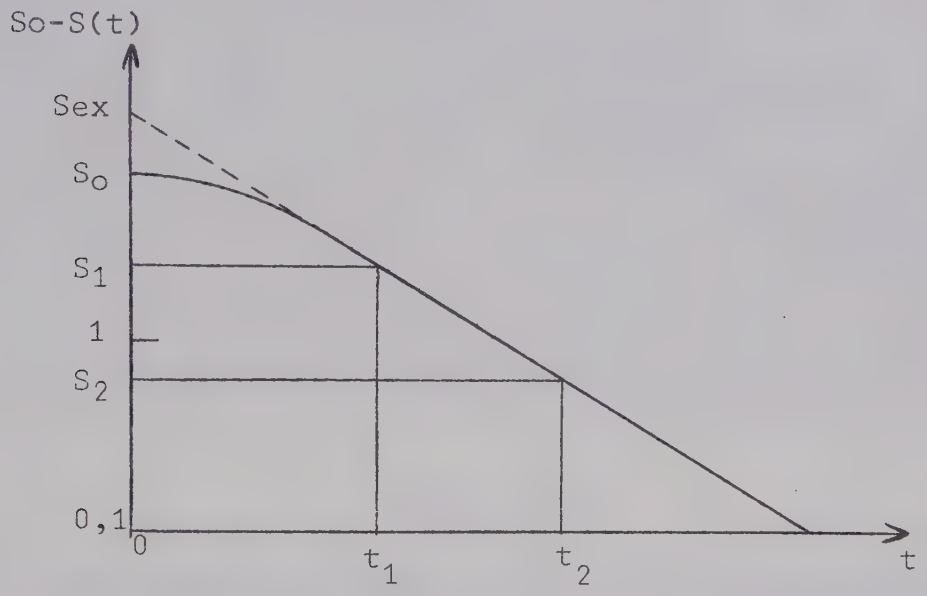
$$s(t) = Keo\ (1-\exp-\frac{t}{T}) \Rightarrow \text{Log}\ [Keo-s(t)] = -\frac{t}{T}$$

La courbe obtenue Log [Keo-s(t)] est une droite de pente $-\frac{1}{T}$.



- Le système est du second ordre

Dans ce cas on utilise le fait que grâce à la grande disparité des deux constantes de temps T1 et T2 la réponse à un échelon se réduit après un certain temps à celle d'un système du premier ordre.
C.S. DRAPER a alors établi les résultats suivants :



$$H(p) = \frac{K}{(1+T_1 p)\ (1+T_2 p)}$$

$$T_1 = 0{,}43\ \frac{t_2 - t_1}{\log S_1 - \log S_2}$$

$$\frac{T_1}{T_2} = \frac{Sex}{Sex-So}$$

La figure II-12 montre l'application de cette technique à notre système à réguler.

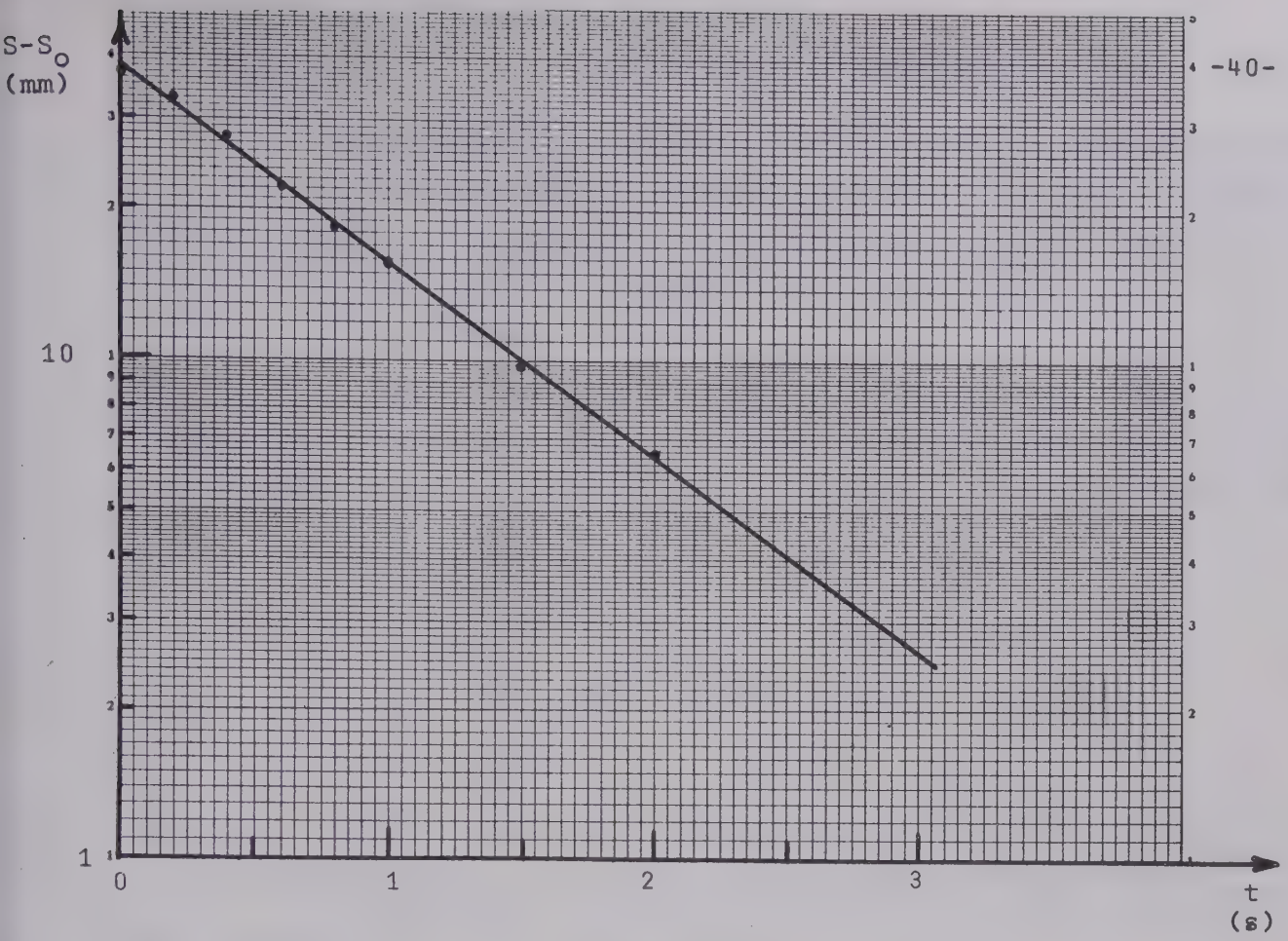


FIGURE II-12

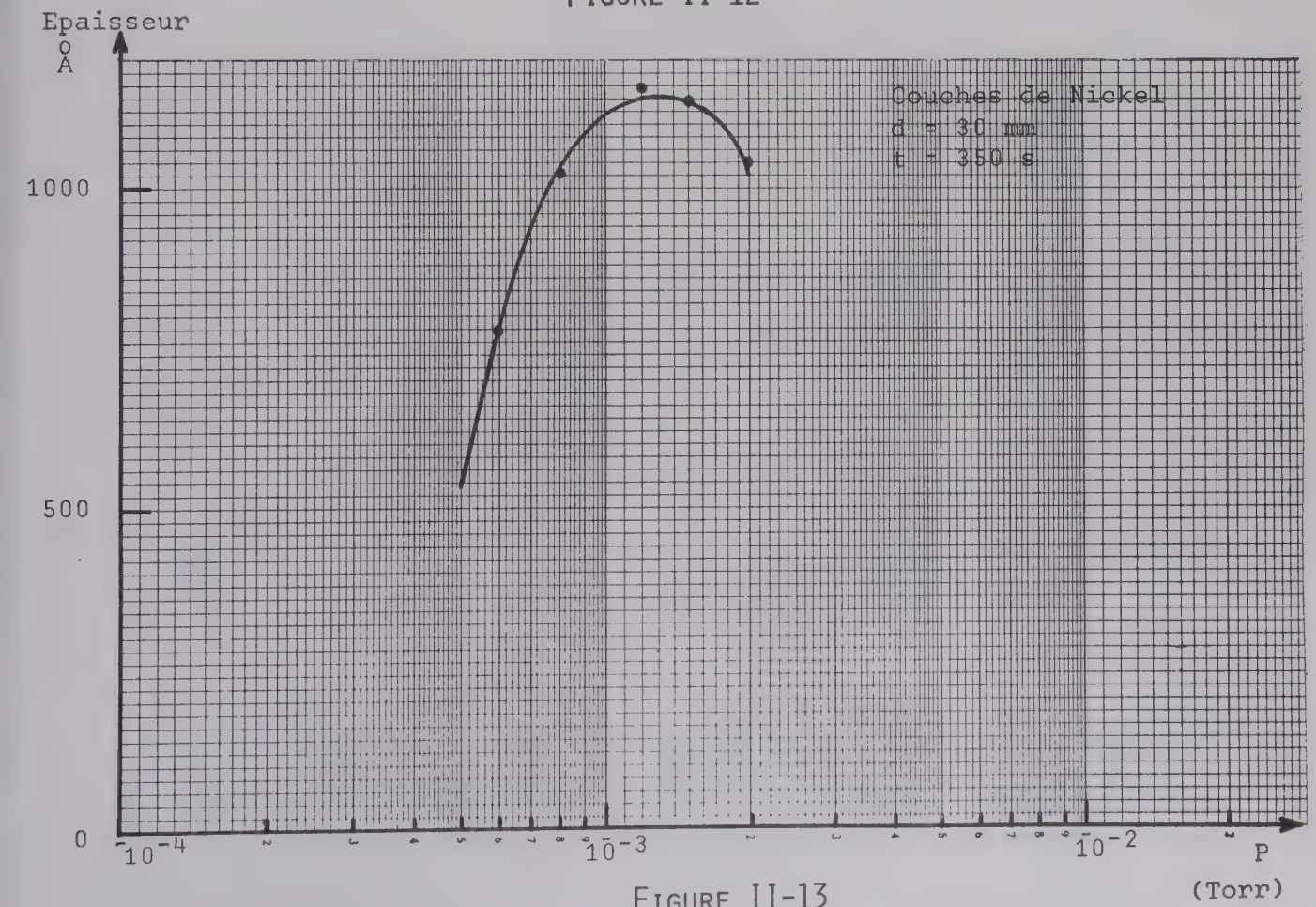


FIGURE II-13

Pratiquement la réponse obtenue est une droite et nous pourrons conclure en 1ere approximation que l'ensemble, groupe de pompage, vanne et dispositif de mesure, se comporte comme un système du premier ordre de constante de temps:

T = 1,15 s.

Le gain statique $K = \frac{\Delta Vs}{\Delta \theta}$ est variable avec la pression puisque la tension de sortie du coffret de jauge est logarithmique Pratiquement pour l'utilisation en pulvérisation cathodique nous aurons :

$p = 6.10^{-4}$ T K = 2 mv/rd

$p = 2.10^{-3}$ T K = 1,3 mv/rd

Ce qui nous donne les fonctions de transfert

$H_1(p) = \frac{Vs}{\theta}(p) = \frac{2}{1+1,15p}$ à 6.10^{-4} Torr

et $H_2(p) = \frac{Vs}{\theta}(p) = \frac{1,3}{1+1,15p}$ à 2.10^{-3} Torr

La constante de temps T reste pratiquement constante entre ces 2 limites.

II-3 AVANT PROJET DU SERVOMECANISME

II-3-1 CAHIER DES CHARGES

1) Précision

Des expériences de pulvérisation de Nickel sans régulation de pression nous ont montré que l'épaisseur de la couche déposée passait de 780 Å à 1020 Å lorsque lapression variait entre 6 et 8.10^{-4} Torr (figure II-13)

Pour de petites variations autour d'une pression donnée, une régulation à $\pm 0,1.10^{-4}$ Torr nous permettrait d'obtenir des dépots à ±10 Å ce qui représente une précision sur l'épaisseur meilleure que celle obtenue par la méthode de TOLANSKI.

2) Régime permanent

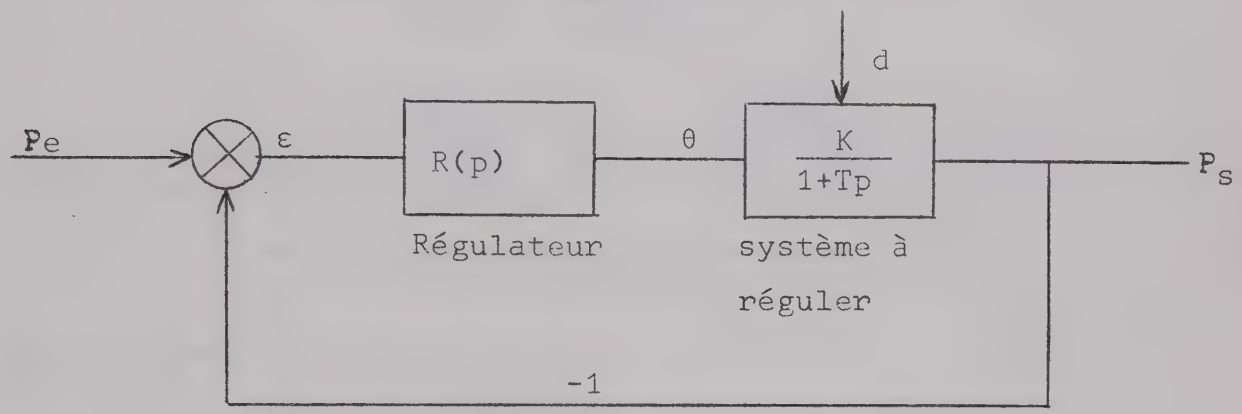
Afin de pouvoir prérégler les pressions de travail de la pulvérisation cathodique il serait intéressant que l'erreur théorique de l'asservissement en régime permanent soit nulle.

3) Régime transitoire

Lorsque l'on effectue une pulvérisation cathodique à des pressions faibles (de l'ordre de 4 à 6.10^{-4} Torr) il suffit parfois d'une légère baisse de pression supplémentaire pour que la décharge se désamorce d'elle même. Pour cette raison nous limiterons le dépassement du régime transitoire à une valeur inférieure à 20 % ce qui correspond à un facteur d'amortissement de 1,3.

II-3-2- FONCTION DE TRANSFERT DU REGULATEUR

Considérons le diagramme fonctionnel suivant



p_e est la pression affichée à l'entrée
p_s est la pression à l'intérieur de l'enceinte
R(p) est la fonction de transfert du régulateur
d est une perturbation s'introduisant au niveau du groupe à vide et pouvant être soit une augmentation de pression du gaz de décharge due à la pulvérisation cathodique, soit une variation de pression due au dispositif d'introduction d'argon.

- En l'absence de perturbation, nous sommes en présence d'un système à retour unitaire de fonction de transfert [16]

$$H(p) = \frac{Ps}{Pe}(p) = \frac{R(p)\,\frac{K}{1+Tp}}{1+R(p)\frac{K}{1+Tp}}$$

L'erreur ε est alors donnée par

$$\frac{\varepsilon}{P_e}(p) = \frac{1}{1+R(p)\frac{K}{1+Tp}}$$

En présence d'une perturbation la linéarité du système permet d'écrire

$$\varepsilon(p) = Pe(p) \frac{1}{1+R(p)\frac{K}{1+Tp}} + d(p) \frac{\frac{K}{1+Tp}}{1+R(p)\frac{K}{1+Tp}}$$

1) Régulateur à action proportionnelle

Dans ce cas $R(p) = R$

Nous négligerons la temporisation propre du régulateur ce qui n'affecte en rien les résultats concernant le régime définitif

nous avons

$$H(p) = \frac{\frac{KR}{1+Tp}}{1+\frac{KR}{1+Tp}}$$

$$\varepsilon(p) = \frac{1}{1+\frac{KR}{1+Tp}} P_e(p) + \frac{\frac{K}{1+Tp}}{1+\frac{KR}{1+Tp}} d(p)$$

Réponse à un échelon unité de p_e (d=o)

$$P_e(t) = u(t) \Rightarrow P_e(p) = \frac{1}{p}$$

$$\varepsilon(p) = \frac{1}{p\left(1+\frac{KR}{1+Tp}\right)}$$

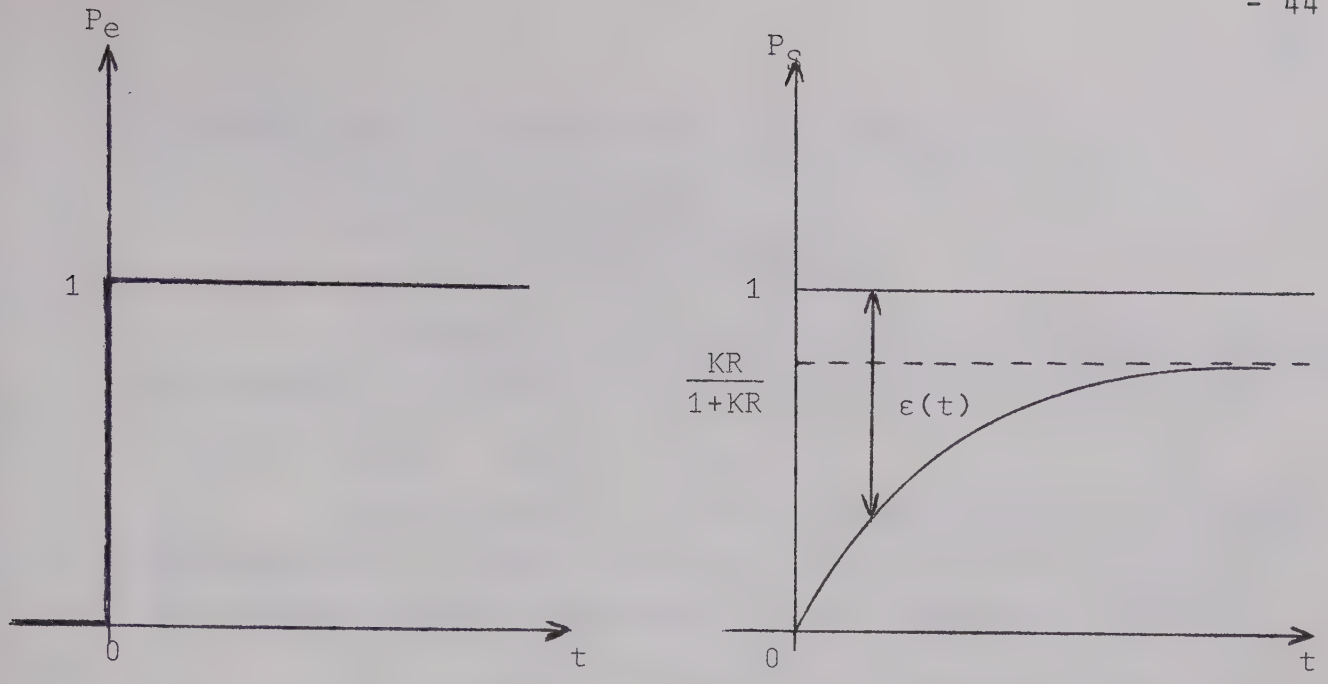
Le régime définitif est donné par

$$\varepsilon(t)_{t\to\infty} = \lim_{p\to o} p\,\varepsilon(p)$$

soit $\varepsilon(\infty) = \frac{1}{KR+1}$

Ce mode de régulation ne convient pas pour notre asservissement puisqu'il subsiste en régime permanent un écart de position égal à $\frac{1}{KR+1}$

La figure suivante donne la réponse d'un tel système à un échelon unité.



Nous pourrions montrer de même que si une perturbation constante d_o est appliquée au système (cas de la pulvérisation cathodique) il apparait une nouvelle erreur en régime permanent.

2) Régulateur à action proportionnelle et intégrale (d = o)

on a alors $R(p) = R + \frac{A}{p}$

$$\frac{\varepsilon}{P_e}(p) = \frac{1}{1+\frac{KR}{1+Tp}+\frac{KA}{(1+Tp)p}}$$

- Réponse à un échelon unité de p_e

$$\varepsilon(p) = \frac{1}{p\left(1+\frac{KR}{1+Tp}+\frac{KA}{(1+Tp)p}\right)}$$

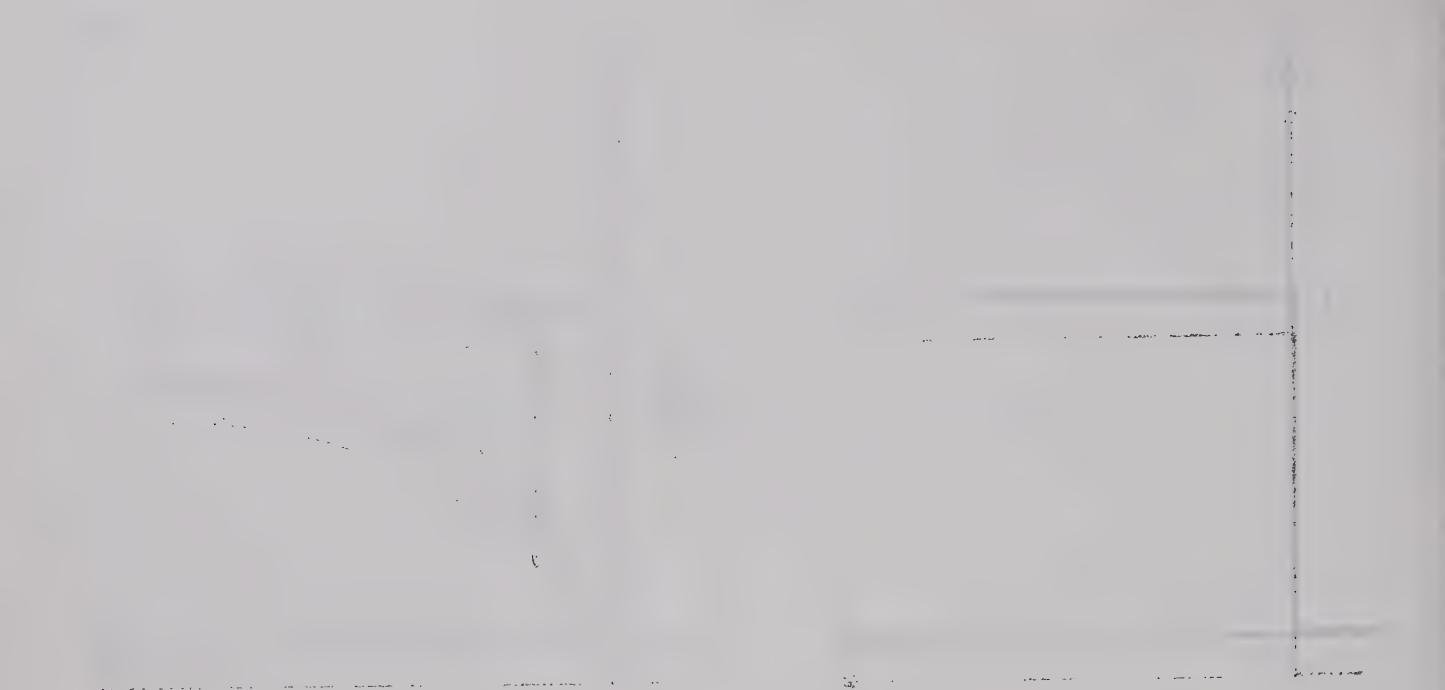
en régime permanent

$$\varepsilon(\infty) = \lim_{p\to o} p.\ \varepsilon(p) = o$$

Ce type de régulateur permet d'annuler l'erreur en régime permanent

- Influence d'une perturbation constante do

$$d(p) = \frac{do}{p}$$



l'erreur due à la perturbation est donnée par

$$\varepsilon(p) = \frac{do\frac{K}{1+Tp}}{p\left(1+\frac{KR}{1+Tp}+\frac{KA}{P(1+Tp)}\right)}$$

Le théorème de la valeur finale nous permet de montrer que dans ce cas encore l'écart permanent est nul

$$\varepsilon(\infty) = \lim_{p\to o} \quad p\ \varepsilon(p) = o$$

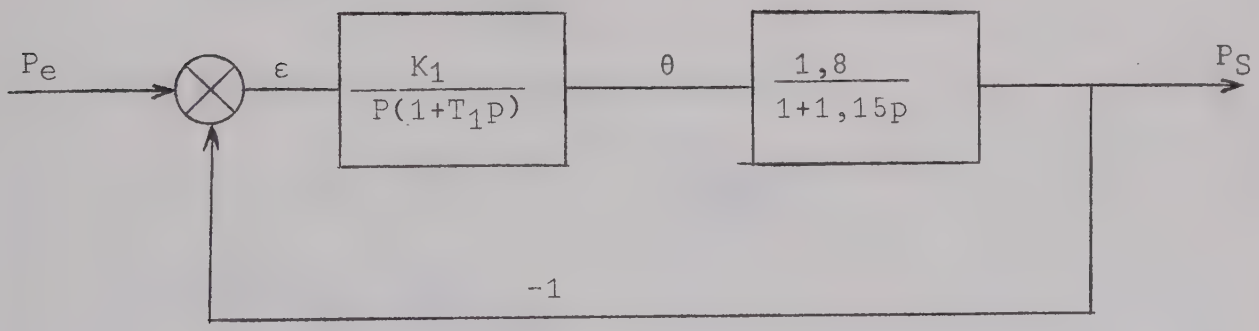
Le régulateur à action proportionnelle et intégrale supprime donc l'erreur en régime permanent même dans le cas où une perturbation constante do est appliquée au système.

La fonction de transfert du régulateur seul sera donc de la forme

$$R(p) = \frac{K_1}{p\ (1+T_1 p)}$$

K_1 étant le gain statique à déterminer
T_1 étant la constante de temps propre si l'on suppose que le régulateur est un système à une seule constante de temps.

d'où le diagramme fonctionnel de l'asservissement pour un fonctionnement autour d'une pression de 8.10^{-4} Torr.



II-3- - Calcul des éléments constituant le régulateur

1) Servomoteur

La vanne étant entrainée par un mouvement de rotation nous utiliserons un moteur pour la commander. Nous avons mesuré le couple nécessaire à la rotation de la vanne ; il est de l'ordre de 230.10^{-4} m.N, cette valeur étant une grandeur par excès (couple au démarrage).

- Fonction de transfert d'un moteur à courant continu

L'équation différentielle de mise en vitesse d'un moteur non chargé auquel on applique une tension E est :

$$JmRm \frac{d\omega m}{dt} + KcKe\omega m = KcE$$

Jm est le moment d'inertie de l'induit
Rm est la résistance de l'induit
Kc est la constante de couple $Kc = \frac{Cm}{Im}$ $\frac{\text{couple moteur}}{\text{courant induit}}$
Ke est la constante de F.C.E.M. $Ke = \frac{\Delta E'}{\Delta \omega m}$

les conditions initiales étant nulles, la méthode de LAPLACE permet de résoudre cette équation

$$\omega m(p) = \frac{\frac{1}{Ke} E}{p \left(1 + \frac{JmRm}{KeKc} p\right)}$$

D'où la fonction de transfert du moteur

$$H(p) = \frac{\omega m}{Vm}(p) = \frac{\frac{1}{Ke}}{1 + \frac{JmRm}{KeKc} p}$$

que l'on peut écrire

$$H(p) = \frac{Km}{1 + Tmp}$$

$Km = \frac{1}{Ke}$ est le gain statique du moteur en rd/s/V

$Tm = \frac{JmRm}{KeKc}$ est la constante de temps du moteur

En régime permanent nous avons

$$\omega m(t) = KmVm(t) = \frac{d\theta m}{dt}$$

Soit $d\theta m = KmVm(t)\,dt \Rightarrow \theta m = Km \int Vm\,dt$

L'angle de rotation θm du moteur pendant un certain temps est proportionnel à l'intégrale, pendant ce même temps, de la tension appliquée au moteur.

d'où la fonction de transfert $H_1(p) = \frac{\theta m}{Vm}(p)$

$$H_1(p) = \frac{Km}{p(1+Tmp)}$$

L'utilisation d'une vanne commandée par servomoteur présente donc un avantage incontestable sur une vanne à commande électromagnétique puisque l'erreur en régime permanent est annulée par l'intégration du moteur.

- Adaptation de la charge au moteur

L'adaptation de la charge au moteur se fait à l'aide d'un réducteur de rapport 1/N.

Pour la fonction de transfert $H_1(p)$ l'introduction du réducteur revient à diviser le gain statique Km par N

$$\text{Soit} \quad H'_1(p) = \frac{\frac{Km}{N}}{p(1+Tmp)}$$

D'autre part nous avons vu que la constante de temps Tm du moteur est proportionnelle à l'inertie Jm du rotor. Si l'on couple le moteur à une charge d'inertie Jc la constante de temps Tm augmente. Dans ce cas un réducteur de rapport $\frac{1}{N}$ à l'avantage de ramener sur l'arbre moteur une inertie $\frac{Jc}{N^2}$.

D'où la fonction de transfert d'un moteur couplé à une charge par un réducteur

$$H_2(p) = \frac{\theta v}{Vm} = \frac{\frac{Km}{N}}{p(1+T'mp)}$$

$$T'm = \frac{(Jm + \frac{Jc}{N^2})Rm}{Ke.Kc.}$$

- Choix du moteur et du réducteur

Nous avons utilisé un moteur à courant continu dont la vitesse nominale à vide est de 4900 tr/mn pour une tension Vm de 12 V.

Notre choix s'est porté sur un réducteur de rapport $\frac{1}{N}$ important (N = 600) pour les raisons suivantes :

- Pour que la fonction d'intégration soit assurée il est nécessaire que le couple résistant, du à la vanne, ramené sur l'arbre moteur soit très faible. Dans notre cas on a

$$C_R = \frac{230.10^{-4}}{N} = \frac{230.10^{-4}}{600} = 0,38.10^{-4} \text{ mN}$$

Les courbes de la figure II-14 données par le constructeur montrent que pour cette valeur du couple le moteur est pratiquement à vide.

- La constante de temps du moteur chargé par la vanne est peu différente de la constante de temps du moteur seul.

- Le fait de diviser le gain statique du moteur par N permet de multiplier le gain de l'amplificateur d'erreur par N donc de réduire l'effet de la zone morte du moteur (seuil de démarrage).

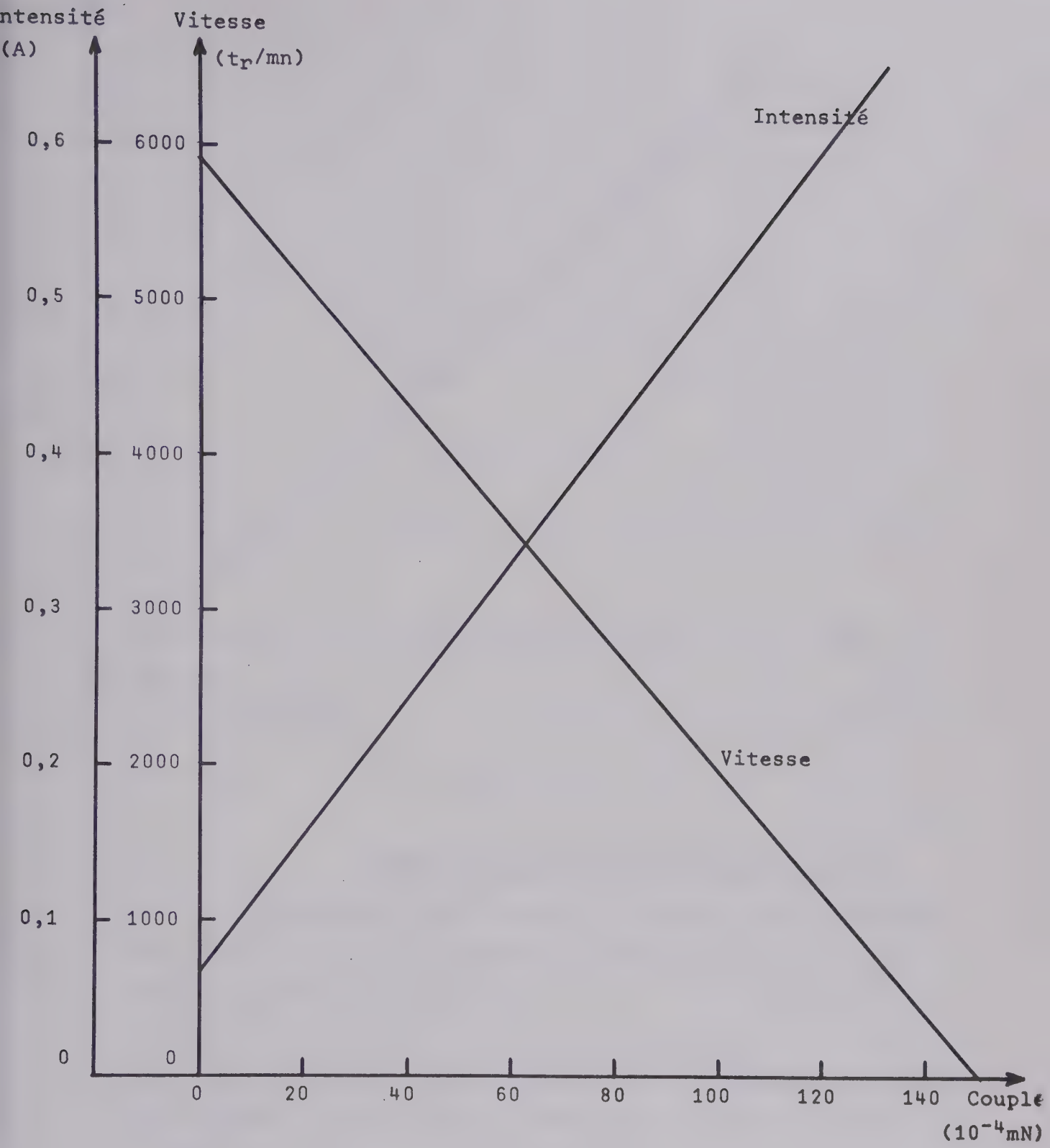

ntensité
(A)
Vitesse
(t_r/mn)
Intensité
Vitesse
0,6
0,5
0,4
0,3
0,2
0,1
0
6000
5000
4000
3000
2000
1000
0
0
20
40
60
80
100
120
140
Couple
(10^{-4}mN)

FIGURE II-14

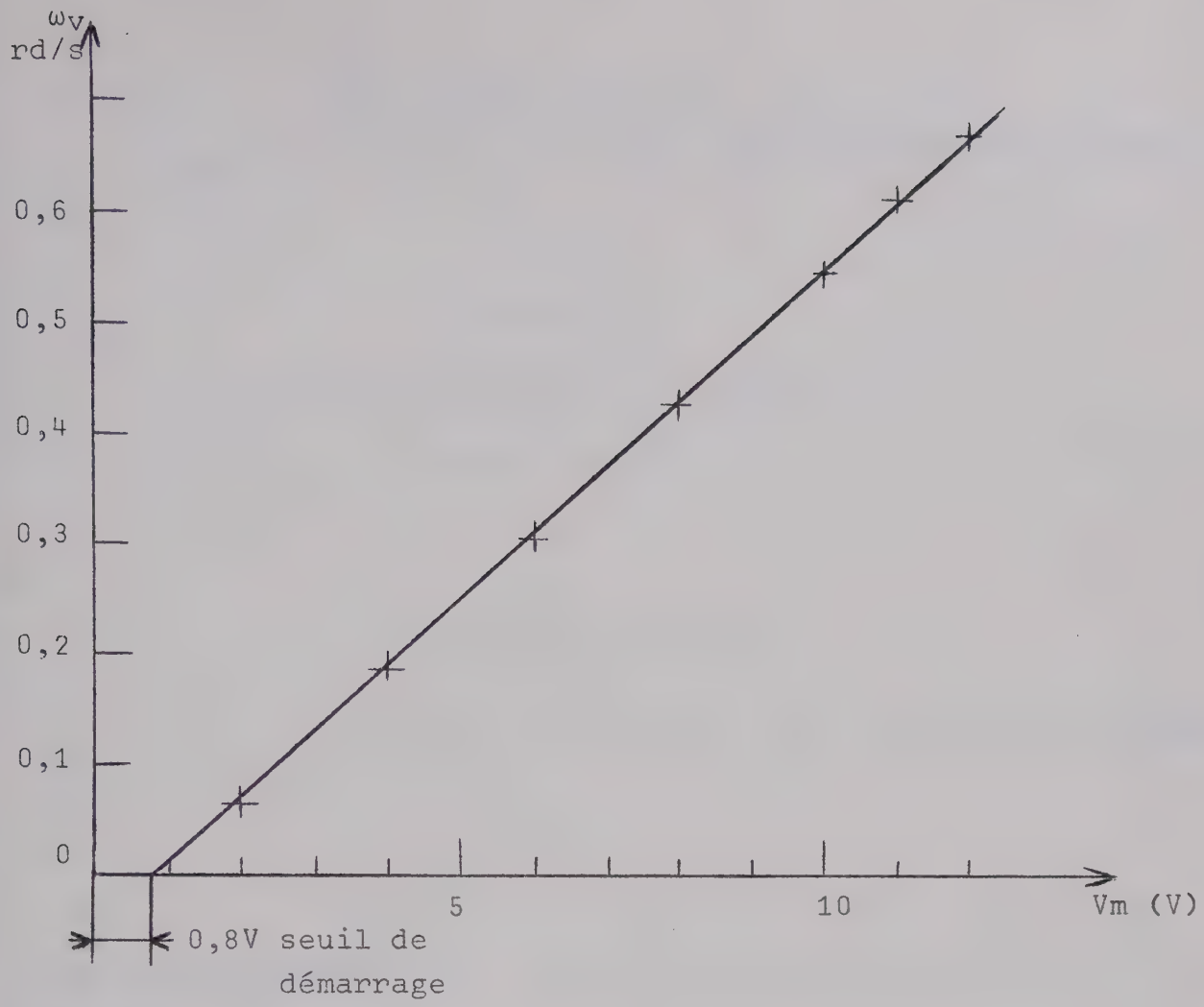


figure II-15

- Détermination expérimentale de K'm et T'm

Le moteur étant couplé à la vanne par le réducteur nous avons relevé la courbe $\omega_v = f(Vm)$
ω_v étant l'angle de rotation de la vanne en rd/s et Vm la tension appliquée au moteur.
La figure II-15 montre les résultats obtenus.
La vitesse est bien proportionnelle à la tension et la courbe fait apparaitre le seuil de démarrage du moteur qui est de l'ordre de 0,8 V.

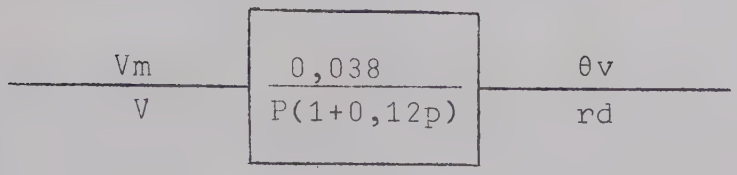
Le gain statique déduit de cette figure est

$$K'm = \frac{\Delta\omega v}{\Delta Vm} = 0,038 \text{ rd/s/V}$$

La constante de temps Tm a été mesurée à l'oscilloscope en appliquant un échelon de tension E au moteur et en observant la mise en vitesse à l'aide d'une génératrice tachymétrique.

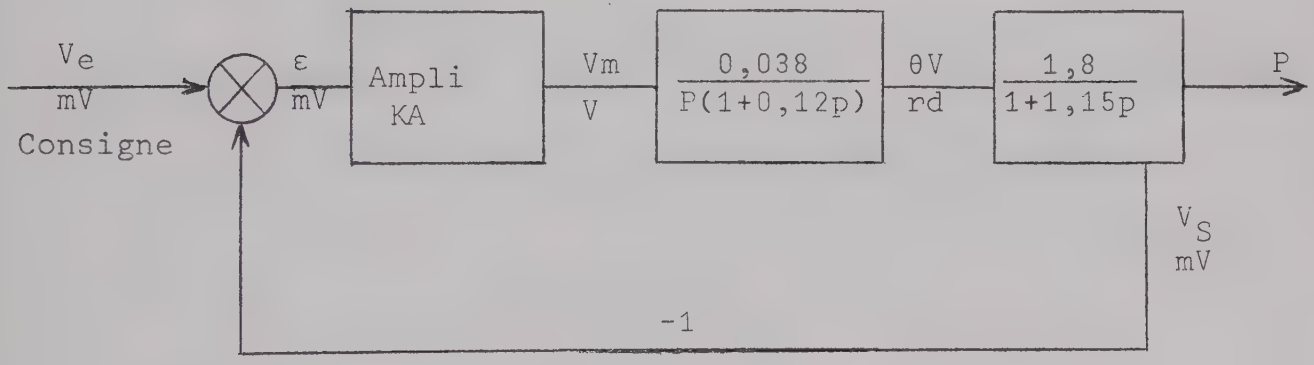
Nous avons trouvé Tm ≃ T'm = 0,12s.

D'où la fonction de transfert du moteur couplé à la vanne.



2) Amplificateur d'erreur

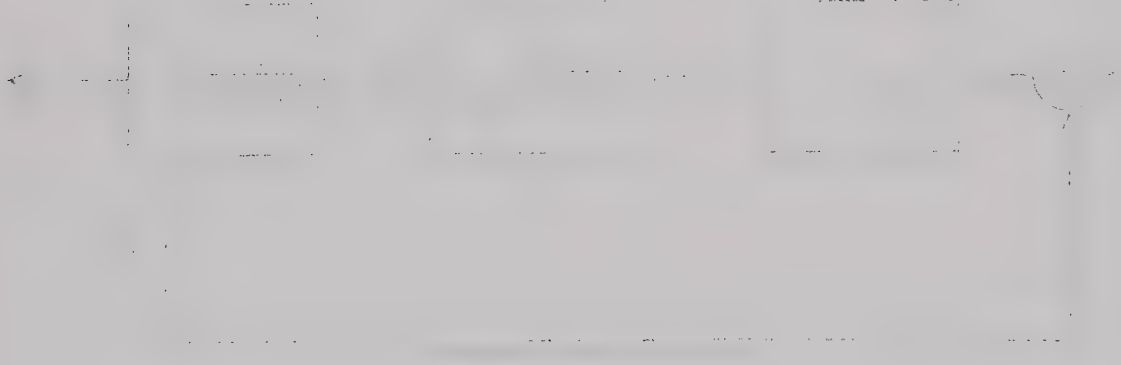
L'asservissement sera représenté par le diagramme fonctionnel suivant

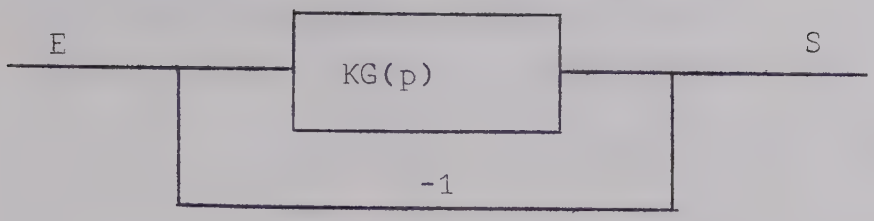


Afin de pouvoir calculer une valeur approximative du gain KA de l'amplificateur, dont nous négligerons la temporisation, nous allons tracer le lieu de transfert de l'asservissement dans le plan de Black. Rappelons brièvement la construction et l'utilisation de l'abaque de Black.

- Abaque de Black

Considérons un asservissement linéaire à retour unitaire dont le diagramme fonctionnel est le suivant





Soit KG(p) la fonction de transfert en boucle ouverte. Si l'on connait KG(p), le comportement du système en boucle fermée sera donné par la relation fondamentale

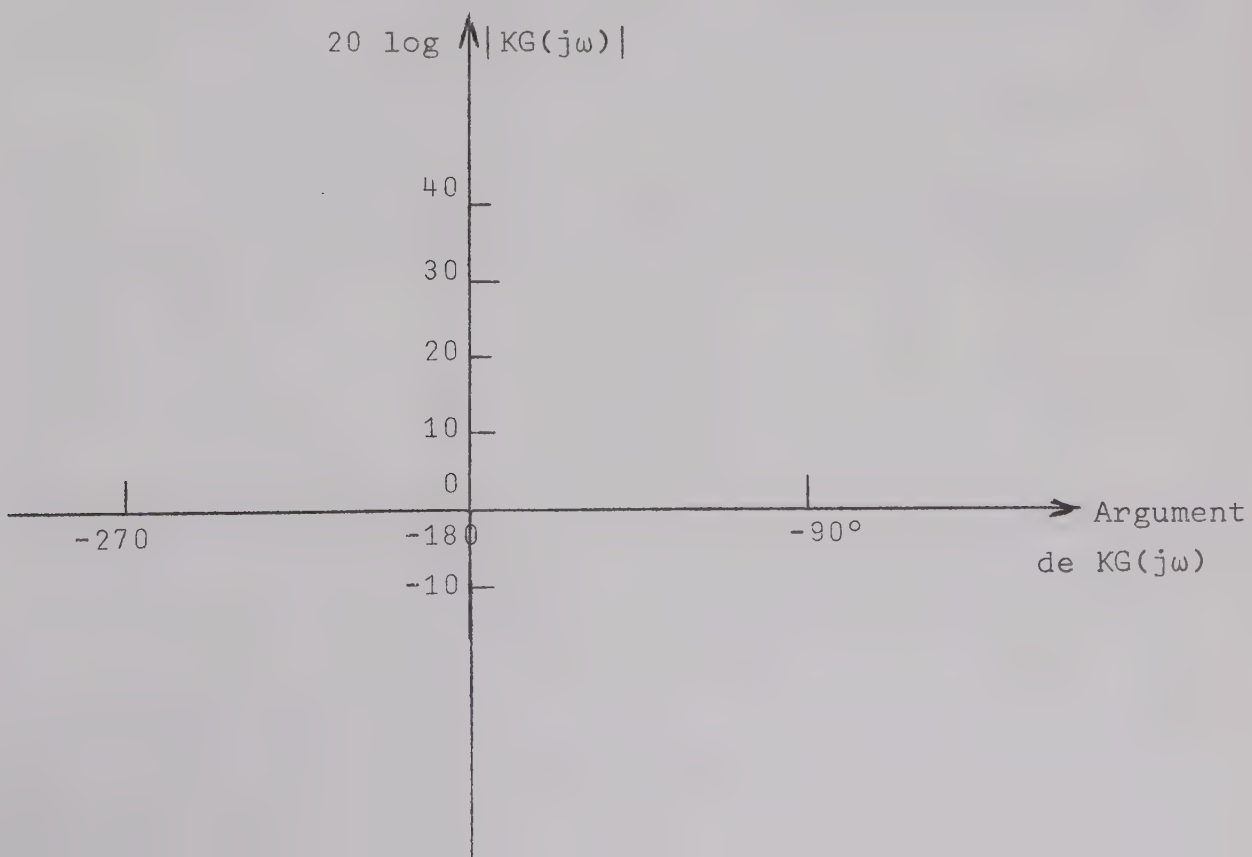
$$H(p) = \frac{KG(p)}{1+KG(p)}$$

Si l'on donne à p des valeurs imaginaires pures $p = j\omega$, ce qui correspond expérimentalement à étudier la réponse du système à des essais en fréquence, on obtient

$$H(j\omega) = \frac{KG(j\omega)}{1+KG(j\omega)}$$

L'abaque de Black permet de construire le lieu des points qui ont pour affixe $KG(j\omega)$ dans le plan de coordonnées :

| en abscisses: Argument de $KG(j\omega)$ en degrés
| en ordonnées $20 \log |KG(j\omega)|$ en dB



Dans ce plan de coordonnées ont été tracées en outre deux types de courbes (figure II-16) :

- les contours d'amplitude de $20 \log \left| \frac{KG}{1+KG} \right|$ en dB

- les contours de déphasage de $\frac{KG}{1+KG}$ en degrés

Le tracé du lieu de transfert en boucle ouverte est alors suffisant pour connaitre la réponse en boucle fermée de l'asservissement. La commodité des coordonnées de Black provient essentiellement des deux faits suivants d'une importance fondamentale pour le calcul pratique des systèmes asservis.

1°) Un changement du gain statique du système se traduit par une simple translation verticale du lieu KG

2°) Le produit de plusieurs fonctions de transfert se traduit par une simple addition vectorielle.

- Performances de l'asservissement déduites de l'Abaque de Black

- En régime statique

La valeur en régime statique de la fonction de transfert en boucle fermée se déduit de la position du point Mo(ω=o) du lieu KG(jω). Si l'asservissement possède au moins une intégration, ce point Mo est rejeté à l'infini.

- En régime transitoire

1) Stabilité : Le système en boucle fermée est stable si le lieu KG est situé à droite du point A de coordonnées (odB, -180°).

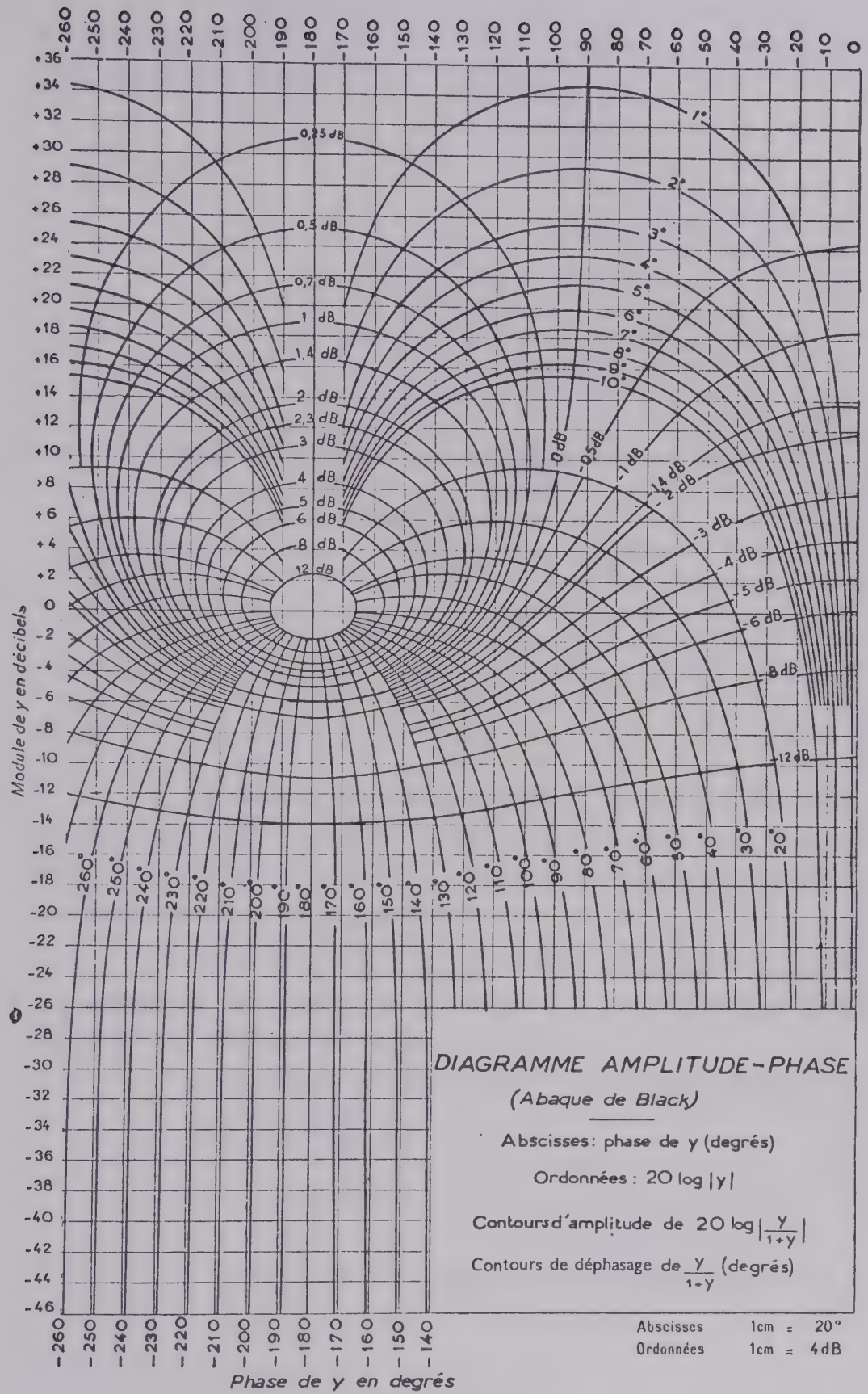
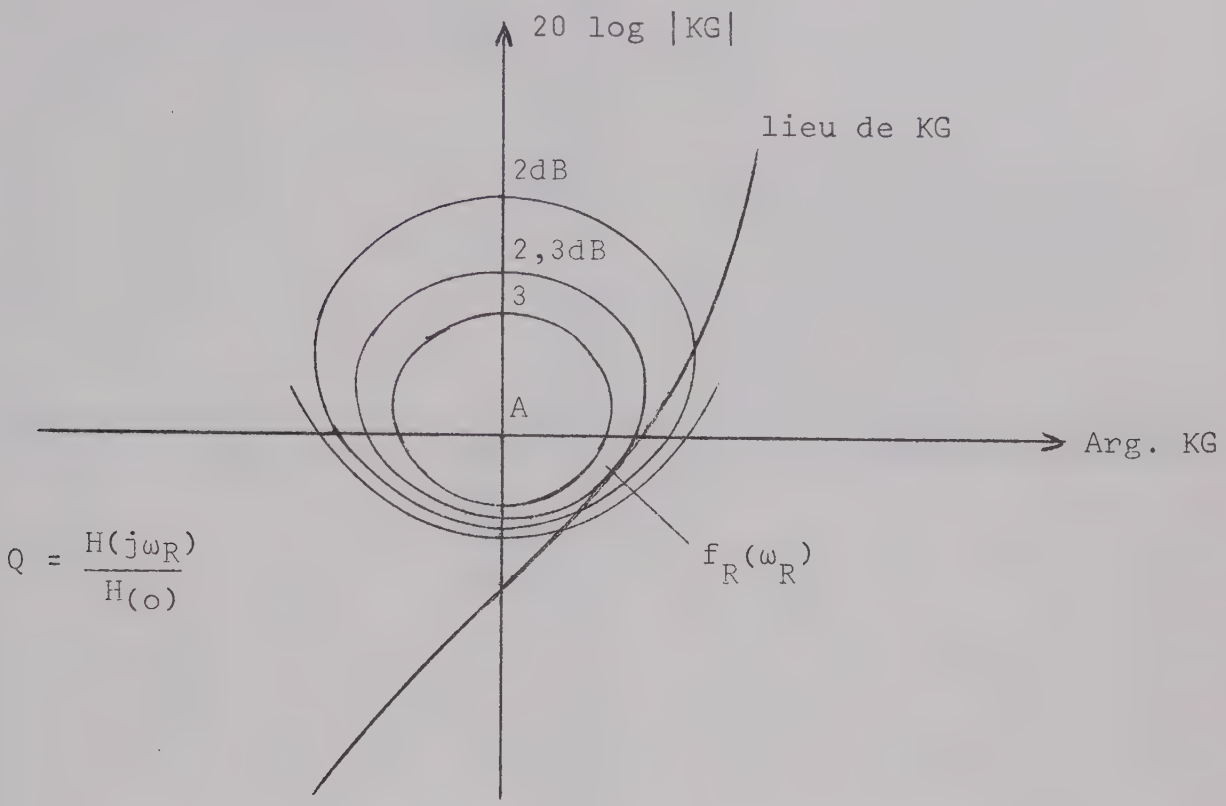


DIAGRAMME AMPLITUDE-PHASE
(Abaque de Black)
Abscisses: phase de y (degrés)
Ordonnées : 20 log |y|
Contours d'amplitude de 20 log |y/(1+y)|
Contours de déphasage de y/(1+y) (degrés)
Abscisses 1cm = 20°
Ordonnées 1cm = 4dB
Module de y en décibels
Phase de y en degrés

FIGURE II-16

2) Amortissement du régime transitoire : Le coefficient de surtension en décibels 20 log Q est donné par le contour de Black tangent au lieu KG



La fréquence correspondant au point de tangence est la fréquence de résonance f_R (ou ω_R) du système asservi. C'est pratiquement la fréquence des oscillations du régime transitoire (cas où l'amortissement $z < 0,7$).

Dans la pratique, on trace le lieu G(jω) puis par translation verticale on détermine K de façon que KG(jω) soit tangent au contour de Black 2,3 dB.

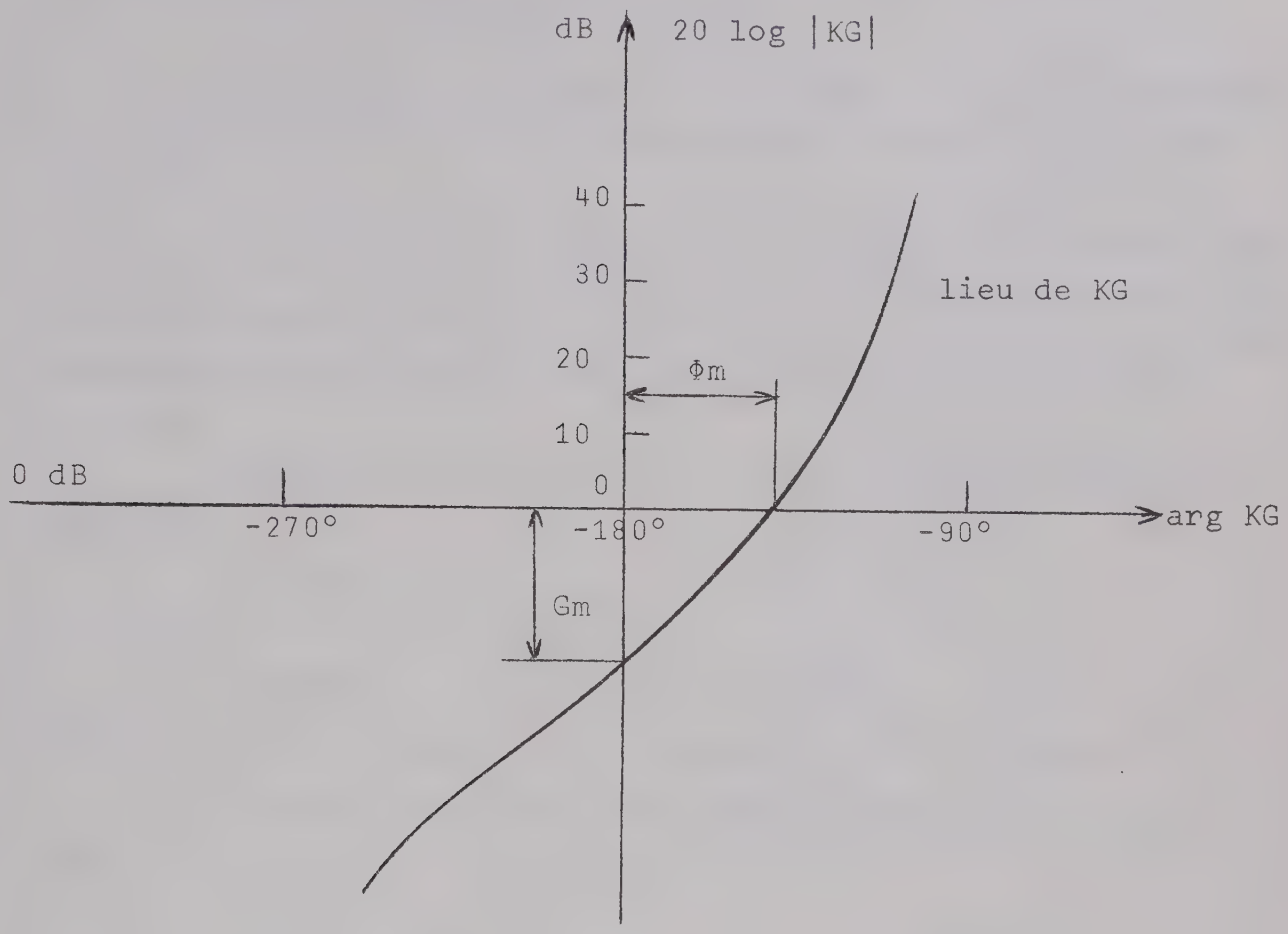
Ce contour correspond à un facteur de surtension

$$\log Q = \frac{2,3}{20} \Rightarrow Q = 1,3$$

Ce qui correspond à

- $z = 0,43$
- amplitude du premier dépassement $D_1 = 20\ \%$

3) Marges de gain et de phase : Les marges de gain Gm et de phase Φm sont définies sur la figure suivante



Gm et Φm sont en fait des marges de sécurité
Gm est une garantie que la stabilité persistera malgré des variations imprévues du gain en boucle ouverte.
Φm est une garantie de stabilité malgré l'existence de retards parasites (zones mortes, jeux) dont on a pas tenu compte dans l'étude théorique.

On admet souvent comme ordres de grandeur une marge de phase de 50 degrés et une marge de gain de 12 dB environ.

- Lieu de transfert du système asservi

Pour tracer le lieu de transfert en boucle ouverte de l'asservissement posons :

$$G(p) = \frac{1}{p(1+1,15p)(1+0,12p)}$$

Si $p = j\omega$

$$G(j\omega) = \frac{1}{j\omega(1+1,15j\omega)\ (1+0,12j\omega)}$$

en posant $u = 1,15\ \omega$ et $a = \frac{0,12}{0,15} \simeq 0,1$

La fonction de transfert G(jω) s'écrit

$$G(j\omega) = \frac{1}{ju(1+ju)\ (1+aju)}$$

Les courbes générales de la figure II-17 [17] permettent de tracer directement le lieu de transfert G(jω) dans le plan de Black.

La figure II-18 montre le lieu gradué en fréquence qui est tangent au contour de Black 1,4 dB. Une translation verticale de + 2dB permet de rendre ce lieu tangent au contour 2,3 dB ce qui correspond pour la boucle fermée à un facteur d'amortissemnt $z = 0,43$.

Le gain total du système asservi en boucle ouverte devant être :

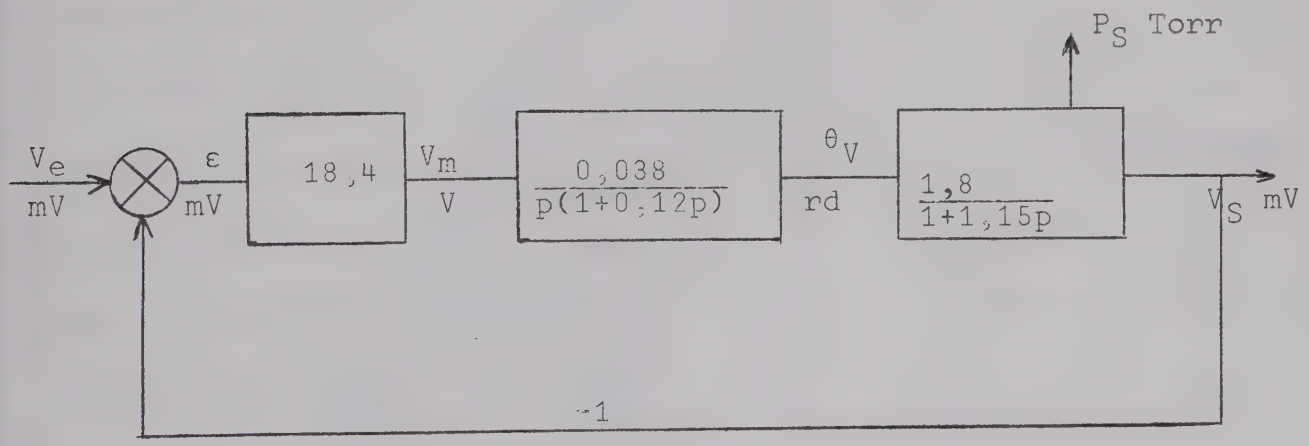
$$20 \log K = 2 \text{ dB}$$

et sachant que $K = KA.K'm.Ks$

On obtient $KA = \frac{Vm}{\varepsilon} = 18,4$ V/mV

Soit un gain de l'amplificateur d'erreur $K'A = 18,4.10^3$

D'où le diagramme fonctionnel complet de l'asservissement



Le lieu de transfert en boucle ouverte correspondant à ce réglage du gain est tracé sur la figure II-18. Il fait apparaitre une fréquence de résonance $fR = 1,2.10^{-1}$Hz, une marge de gain de 16 dB et une marge de phase de 45°.

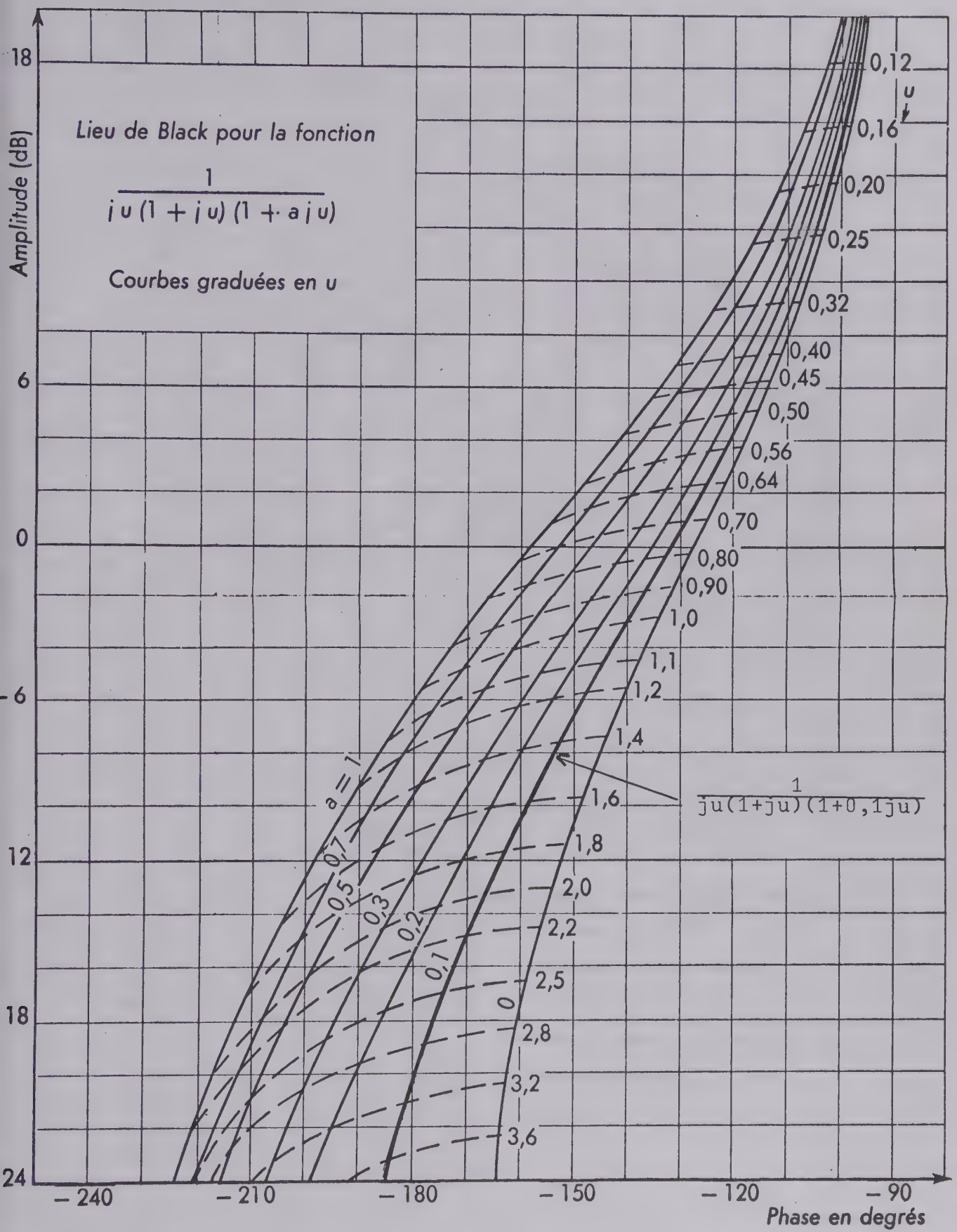
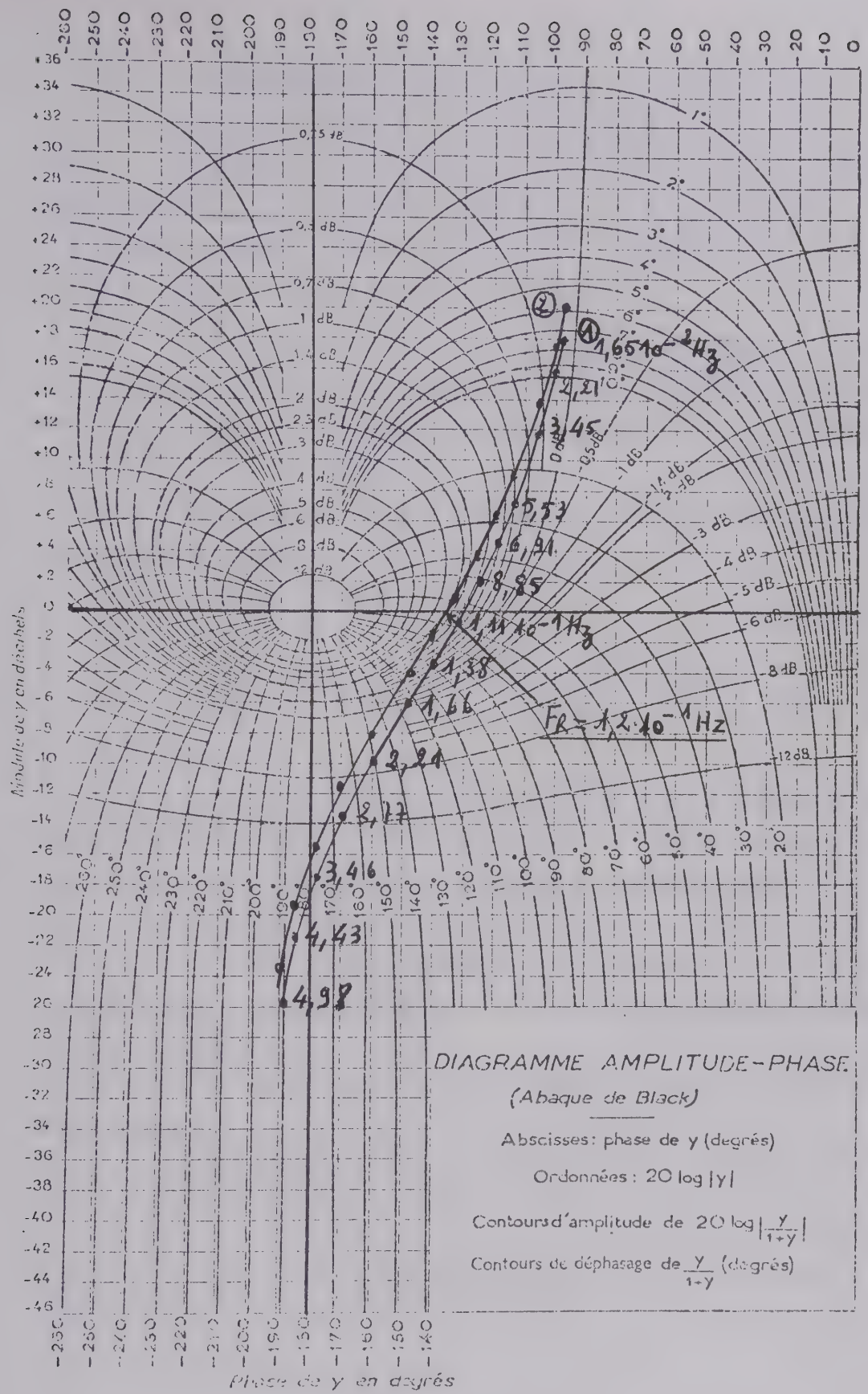

Lieu de Black pour la fonction
1 / j u (1 + j u) (1 + a j u)
Courbes graduées en u
Amplitude (dB)
18
6
0
- 6
12
18
24
- 240
- 210
- 180
- 150
- 120
- 90
Phase en degrés
u
0,12
0,16
0,20
0,25
0,32
0,40
0,45
0,50
0,56
0,64
0,70
0,80
0,90
1,0
1,1
1,2
1,4
1,6
1,8
2,0
2,2
2,5
2,8
3,2
3,6
a = 1
0,7
0,5
0,3
0,2
0,1
0
1 / ju(1+ju)(1+0,1ju)

FIGURE II-17



(1) Lieu de G(jω)

(2) Lieu (1) après translation de + 2dB

FIGURE II-18

- Réalisation de l'amplificateur d'erreur

Nous avons vu que le gain théorique de l'amplificateur d'erreur doit être de l'ordre de 18.10^3 soit 85 dB. Cependant une réserve de gain de 20 à 30 dB est souhaitable pour corriger le servomécanisme dans le cas où les exigences du cahier des charges ne pourraient être tenues.

D'autre part nous avons imposé en régime permanent une valeur finale de la pression à $\pm 0{,}1.10^{-4}$ Torr. La courbe II-8 nous donne une variation correspondante de la tension de sortie V_S de $\pm 3.10^{-2}$ millivolts.

L'amplificateur d'erreur devra répondre aux exigences techniques suivantes :

- amplificateur continu
- gain de 105 à 115 dB
- tension minimum à amplifier ± 30 µV
- tension de sortie maximum ± 12 V (tension nominale du moteur).

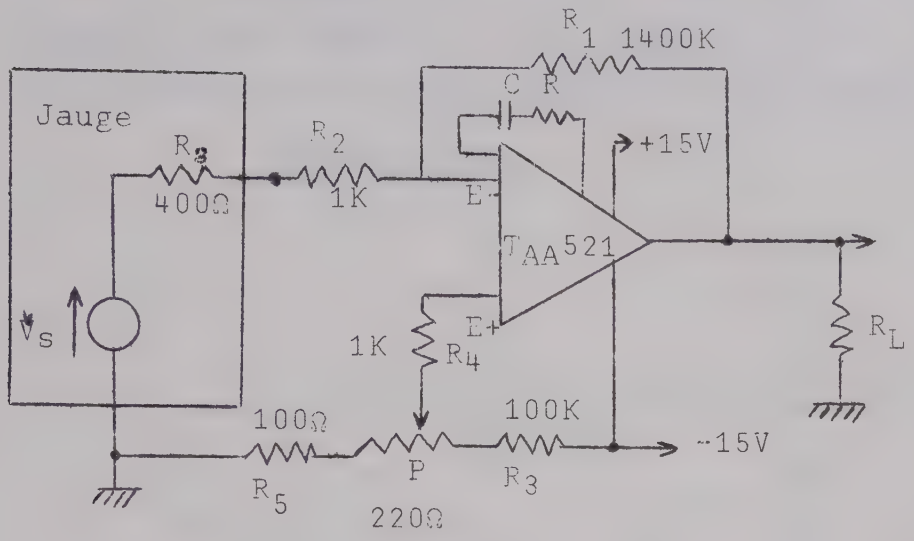
La réalisation d'un amplificateur à courant continu étant une opération longue, coûteuse et délicate nous avons préféré utiliser des amplificateurs opérationnels [18],[19]. Les avantages inhérents à ce type d'amplificateur sont de deux ordres :

- D'une part possibilité de réaliser très simplement des montages intégrateurs ou différentiateurs pour corriger l'asservissement.
- D'autre part possibilité de régler le gain dans une large gamme.

Nous avons utilisé l'amplificateur opérationnel TAA521 dont le gain en boucle ouverte à 25° C est de 45000 soit 93 dB. Ce gain étant insuffisant nous avons réalisé un préamplificateur à gain fixe suivi d'un amplificateur à gain variable.

- Préamplificateur

Le montage réalisé est représenté ci-contre



Cet étage possède un gain fixe de 60 dB soit une amplification de 10^3

$$A \simeq \frac{R_1}{R_2+R_1}$$

Cette valeur du gain nous donne un taux de contre réaction élevé et une bonne stabilité des caractéristiques de l'amplificateur.

Ce montage remplit à la fois les fonctions d'amplificateur et de détecteur d'erreur.

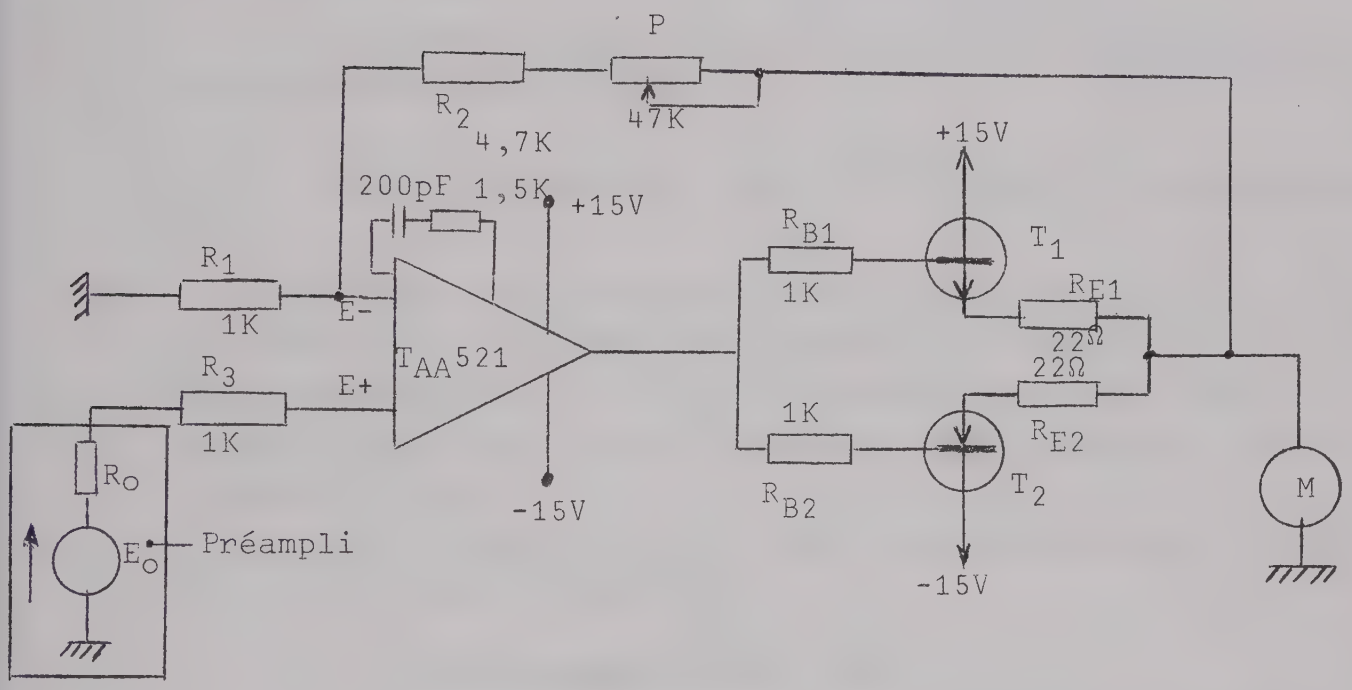
En effet l'entrée inverseuse E- est commandée par la tension issue de la jauge et l'entrée E+ est commandée par la tension de consigne et c'est la différence Ve-Vs qui est amplifiée.

La tension de consigne est obtenue à l'aide d'un pont diviseur et le potentiomètre P permet de faire varier cette tension entre -15 et -30 mV.

le réseau R-C permet la compensation en fréquence de l'amplificateur opérationnel. Pour un gain de 60 dB le constructeur donne R = o - C = 10 PF.

Il faut noter que les résistances des circuits de commande des entrées E+ et E- sont égales de manière à éviter les déséquilibres en fonction de la température.

- Amplificateur



Le préamplificateur se comporte comme un générateur de tension E_o et de résistance interne R_o.

on a $R_o = \frac{Rs}{1+\beta A}$

Rs est la résistance de sortie de l'amplificateur sans contre réaction. Le constructeur donne Rs $\simeq$ 150 Ω

β est le taux de contre réaction $\beta \simeq 10^{-3}$

A est l'amplification en boucle ouverte $A = 4{,}5.10^{4}$

Le calcul donne R_o = 3,3 Ω

Le gain de l'amplificateur devant varier entre 25 et 45 dB, la résistance de contre réaction a été remplacée par un potentiomètre P en série avec la résistance R_2.

Le but de l'amplificateur est de commander le servomoteur. Les courbes de la figure II-14 nous indiquent que le moteur consomme environ une puissance de 720 m.W (courant I=60mA). Le circuit intégré TAA521, ayant une dissipation maximale de 250 mW, ne peut fournir cette puissance. Un étage supplémentaire de puissance est donc nécessaire pour commander le moteur.

Nous avons utilisé un montage push-pull à transistors complémentaires T_1 et T_2. Cet étage étant polarisé en classe B, la distorsion de commutation a été éliminée en incluant l'étage de puissance dans la boucle de contre réaction.

Les résistances RE_1 et RE_2 limitent la tension aux bornes du moteur à ± 12 volts.

II-3-4 METHODE HARMONIQUE : ESSAI EN FREQUENCE DE L'ASSERVISSEMENT

Avant d'entreprendre la compensation du servomécanisme nous avons voulu vérifier si la fonction de transfert, $G(j\omega)$ établie en négligeant les jeux mécaniques, seuils et petites constantes de temps, rendait compte du fonctionnement réel de l'asservissement.

Pour cela nous avons relevé expérimentalement la réponse en fréquence du système.

- Montage experimental (figure II-19)

La boucle est ouverte entre le préamplificateur et l'amplificateur.

Un générateur très basse fréquence applique une tension sinusoïdale d'une part sur l'amplificateur d'autre part sur la 1ère voie d'un enregistreur.

La seconde voie de notre enregistreur étant à très faible niveau nous avons enregistré la tension de sortie de la jauge et non la tension de sortie du préamplificateur ce qui n'affecte en rien les résultats obtenus puisque le gain du préampli est connu et que sa bande passante est très élevée.

Les réponses obtenues à diverses fréquences sont rassemblées figure II-20.

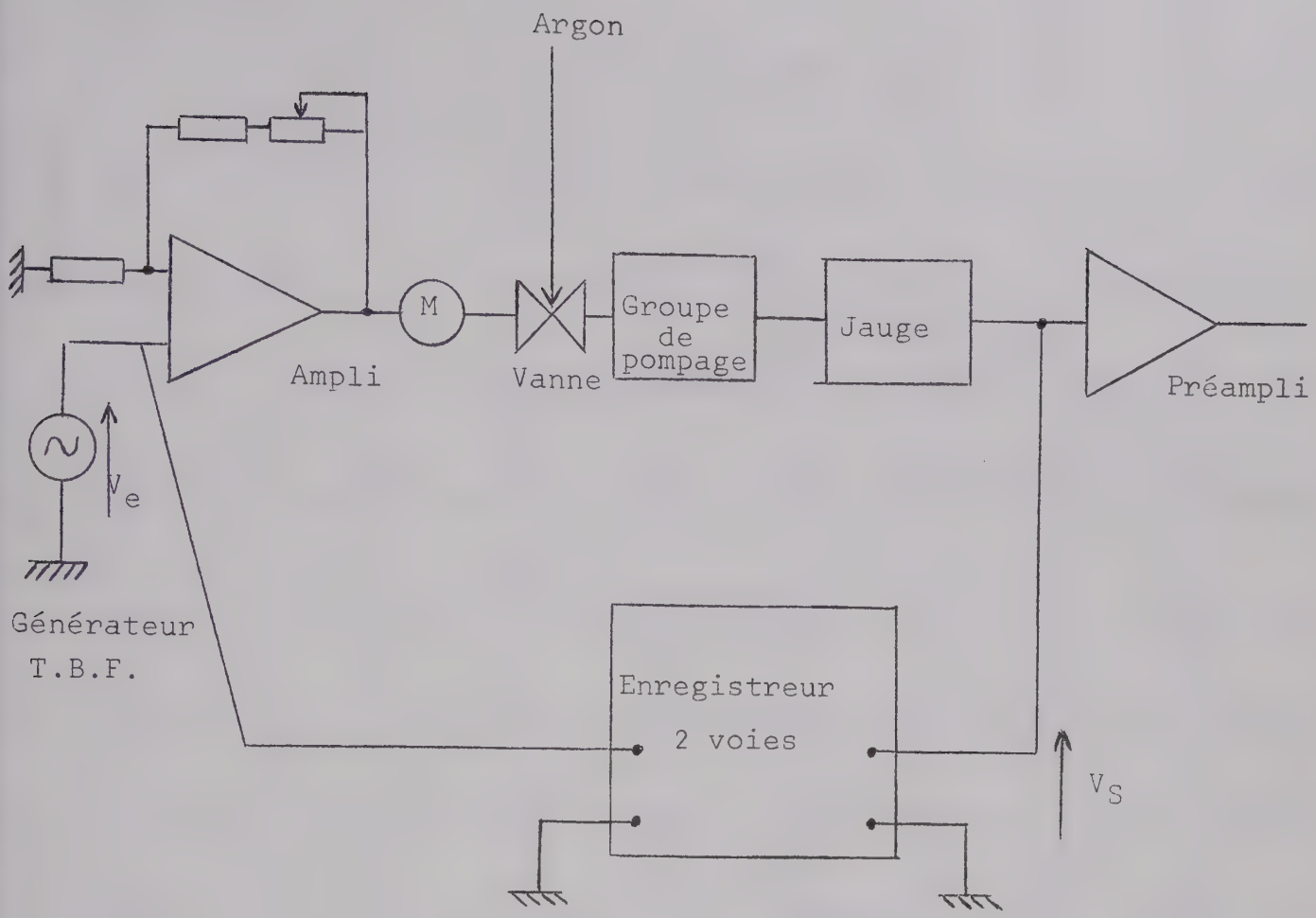


figure II-19

Le gain K de l'ensemble étudié et le déphasage Φ sont déduits directement sur le diagramme. En ce qui conerne le déphasage Φ, il est nécessaire de tenir compte d'un décalage de 4 mm entre les 2 plumes de l'enregistreur.

Cette manipulation est assez délicate à mettre en oeuvre du fait des inévitables dérives qui se produisent en boucle ouverte et des atténuations très élevées du signal de sortie lorsque la fréquence augmente.

Nous avons, à partir des résultats obtenus figure II-20, tracé les réponses $20 \log|G(j\omega)|$ et Argument de $G(j\omega)$ en fonction de la fréquence.

Pour le tracé de la courbe de gain nous avons ajouté aux valeurs expérimentales le gain du préampli (60 dB) qui n'était pas utilisé durant la manipulation.

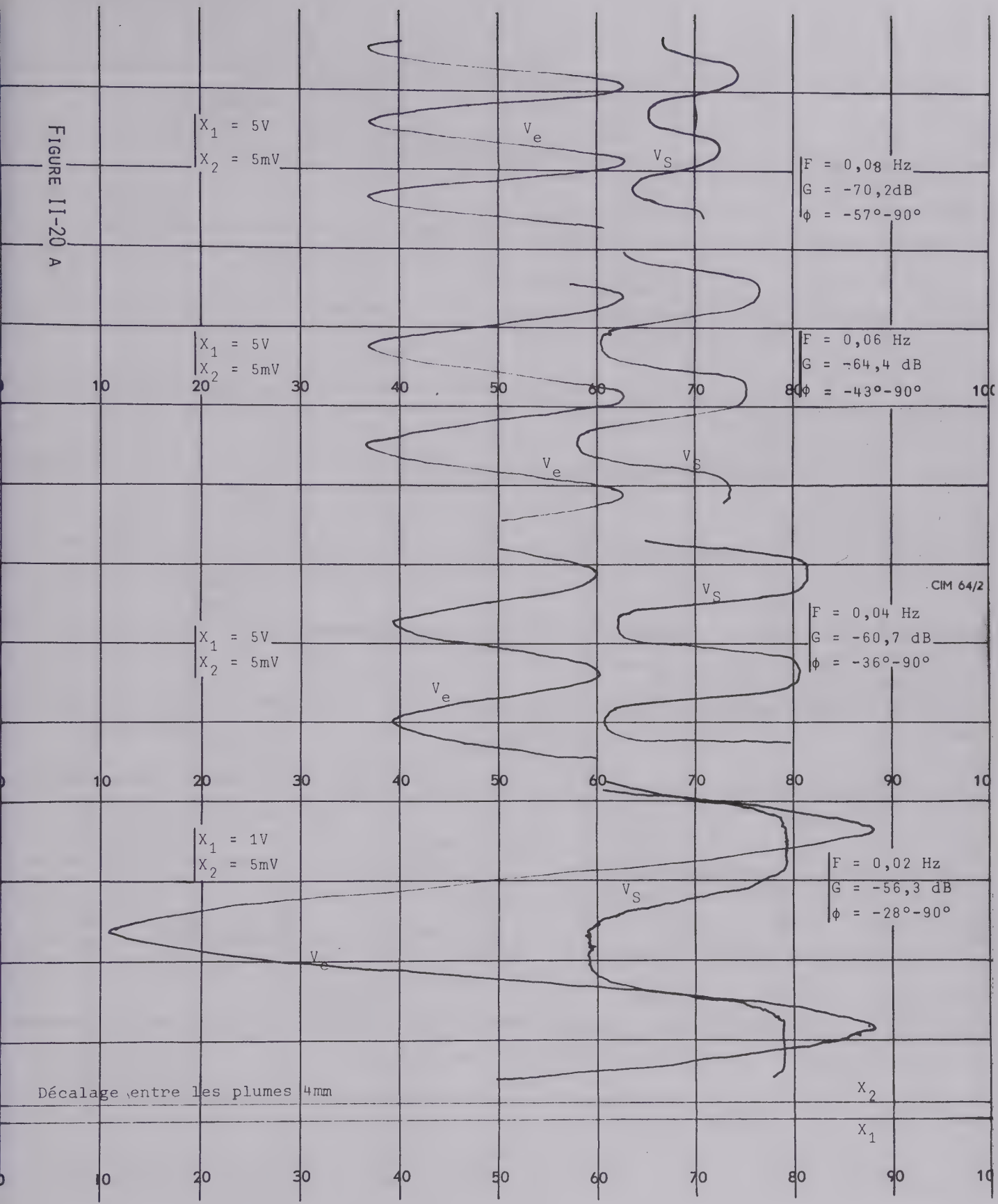


FIGURE II-20 A

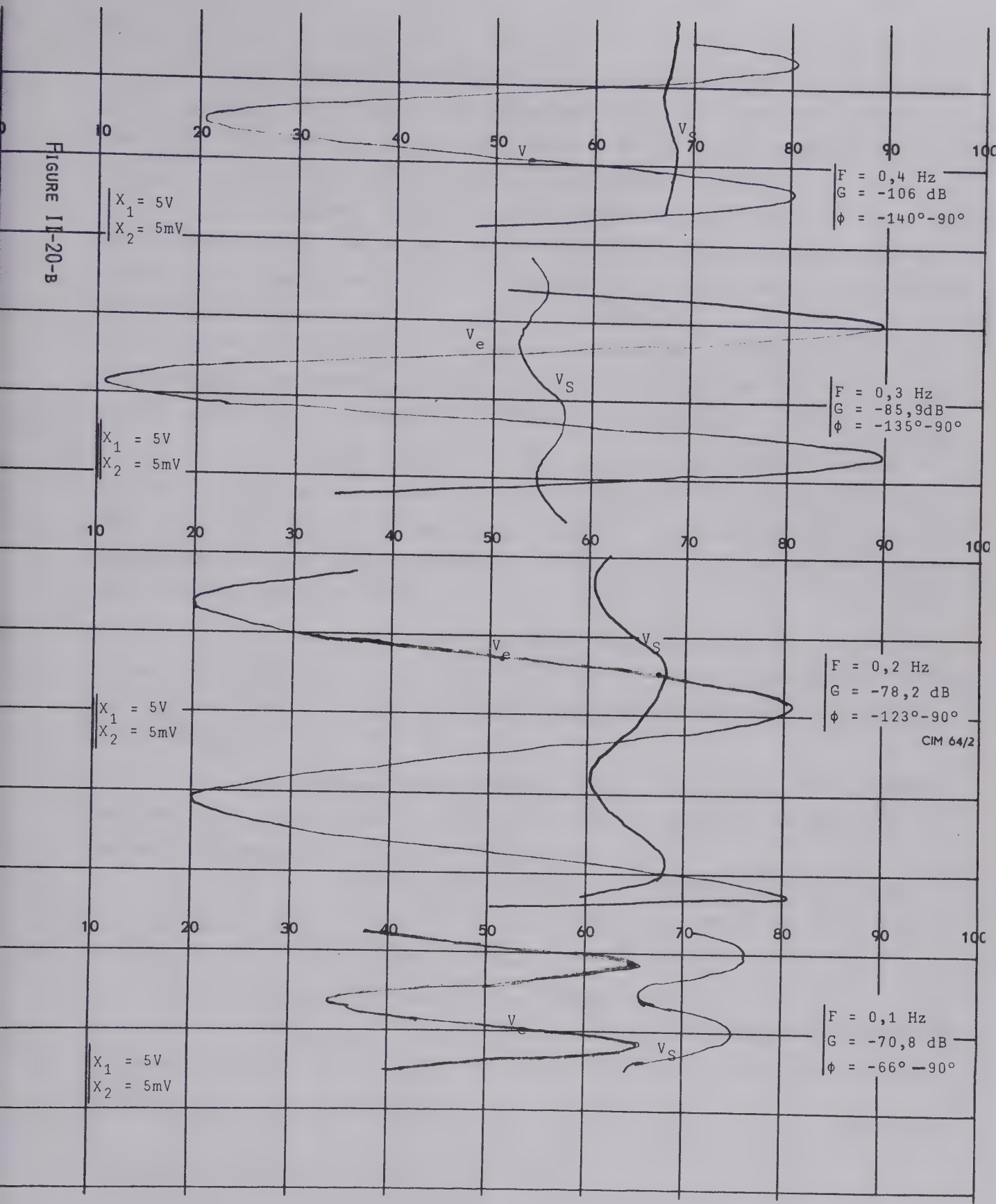


FIGURE II-20-B

La figure II-21 a montre le tracé expérimental et les deux asymptotes de pente -6 dB/octave et -12 dB/octave qui enveloppent la courbe et qui se coupent au point de cassure f_c=0,13Hz ce qui correspond à une constante de temps T = 1,23s.

Le signal de sortie présentant une distorsion importante et une amplitude très faible pour des fréquences supérieures à 0,5Hz la seconde constante de temps n'a pu être mise en évidence sur ce graphique.

La figure II-21 b montre la courbe de déphasage. Afin de préciser le tracé de cette courbe dans la zone où Arg KG=-180° nous avons fait un essai de pompage de l'asservissement.

Cet essai consiste à utiliser le servomécanisme en boucle fermée et à augmenter le gain jusqu'à ce qu'apparaissent des oscillations entretenues (phénomène de pompage). Sur le diagramme de Black, cela revient à faire une translation verticale du lieu KG jusqu'à ce que ce lieu passe par le point (odB, -180°).

La mesure de la fréquence des oscillations de pompage permet de préciser le graphique II-21 b (à cette fréquence Φ=-180°) La figure II-22 montre l'enregistrement de cet essai qui donne une fréquence de 0,143 Hz.

Les courbes des figures II-21 a et b nous ont permis de tracer le diagramme de Black en boucle ouverte obtenu par la méthode harmonique.

Ce lieu est représenté par la courbe 1 de la figure II-23. Sur cette figure, on a reproduit également le lieu théorique de l'asservissement (courbe 2).

L'examen de ces deux courbes montre :

- d'une part que le gain en boucle ouverte au cours de la manipulation était réglé à une valeur inférieure de 7 dB par rapport au gain théorique.

- d'autre part que les éléments négligés dans l'étude théorique (jeux, petites constantes de temps) produisent un déphasage supplémentaire de 40° à la fréquence 0,1 Hz.

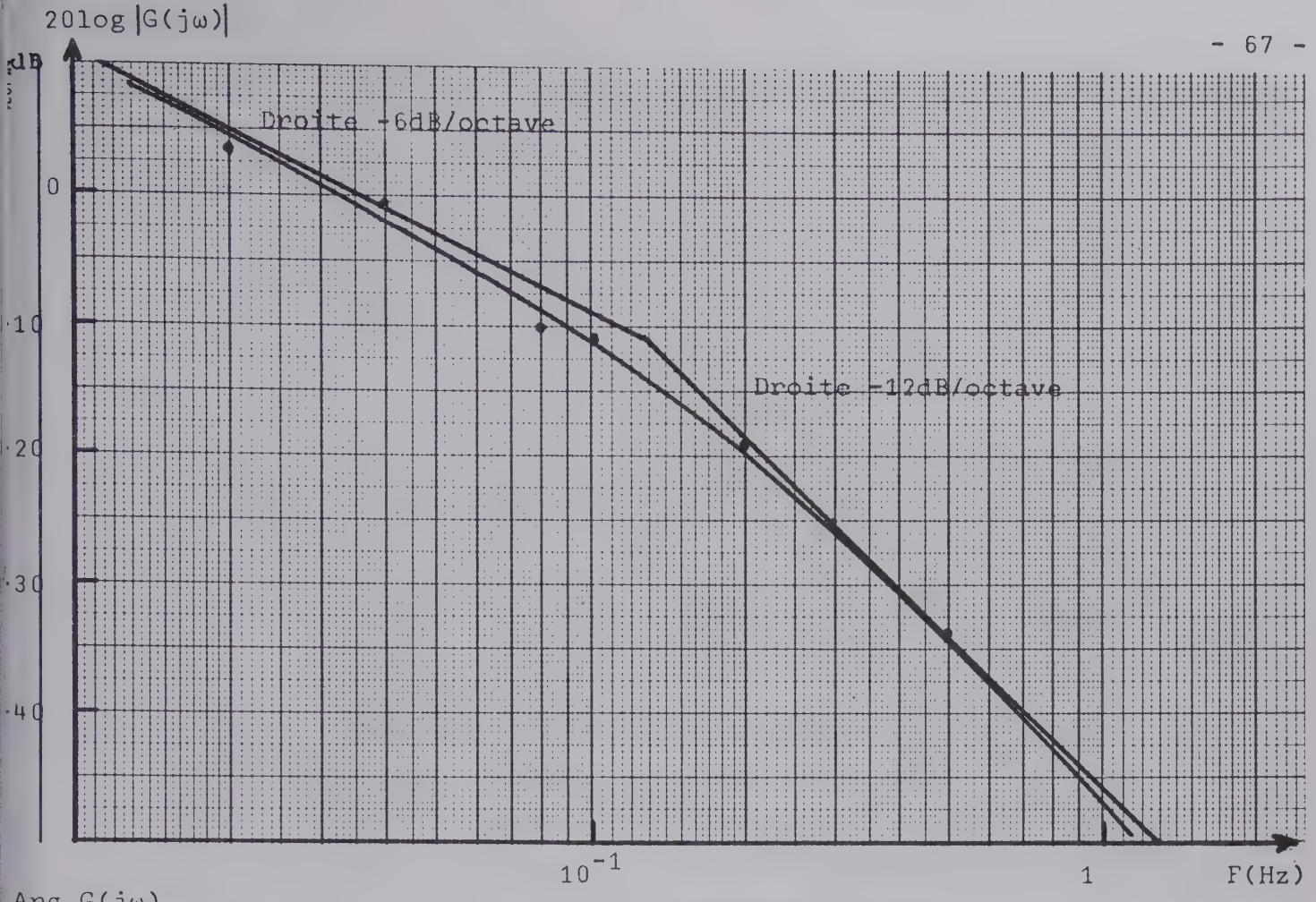


FIGURE II-21-A

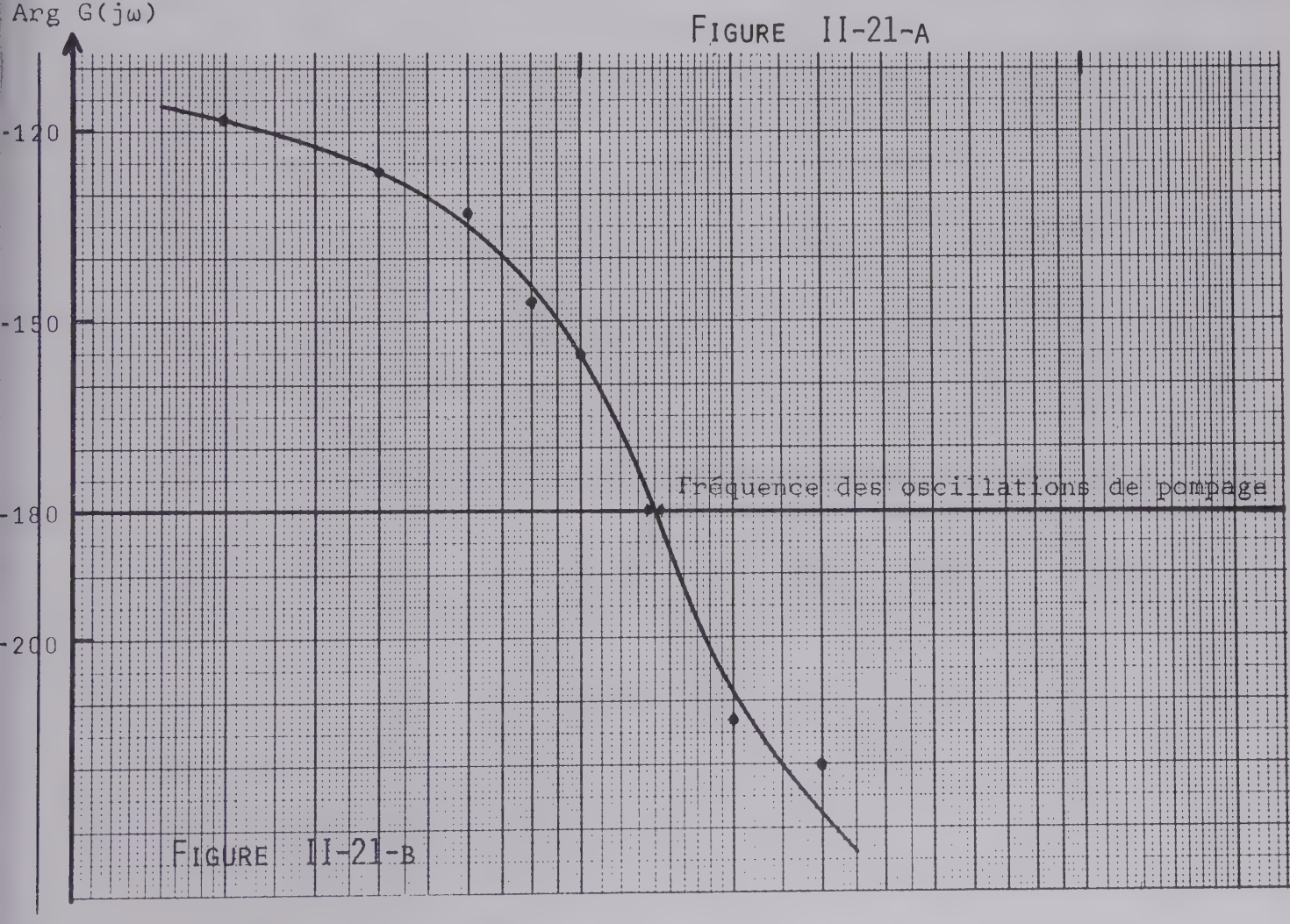


FIGURE II-21-B

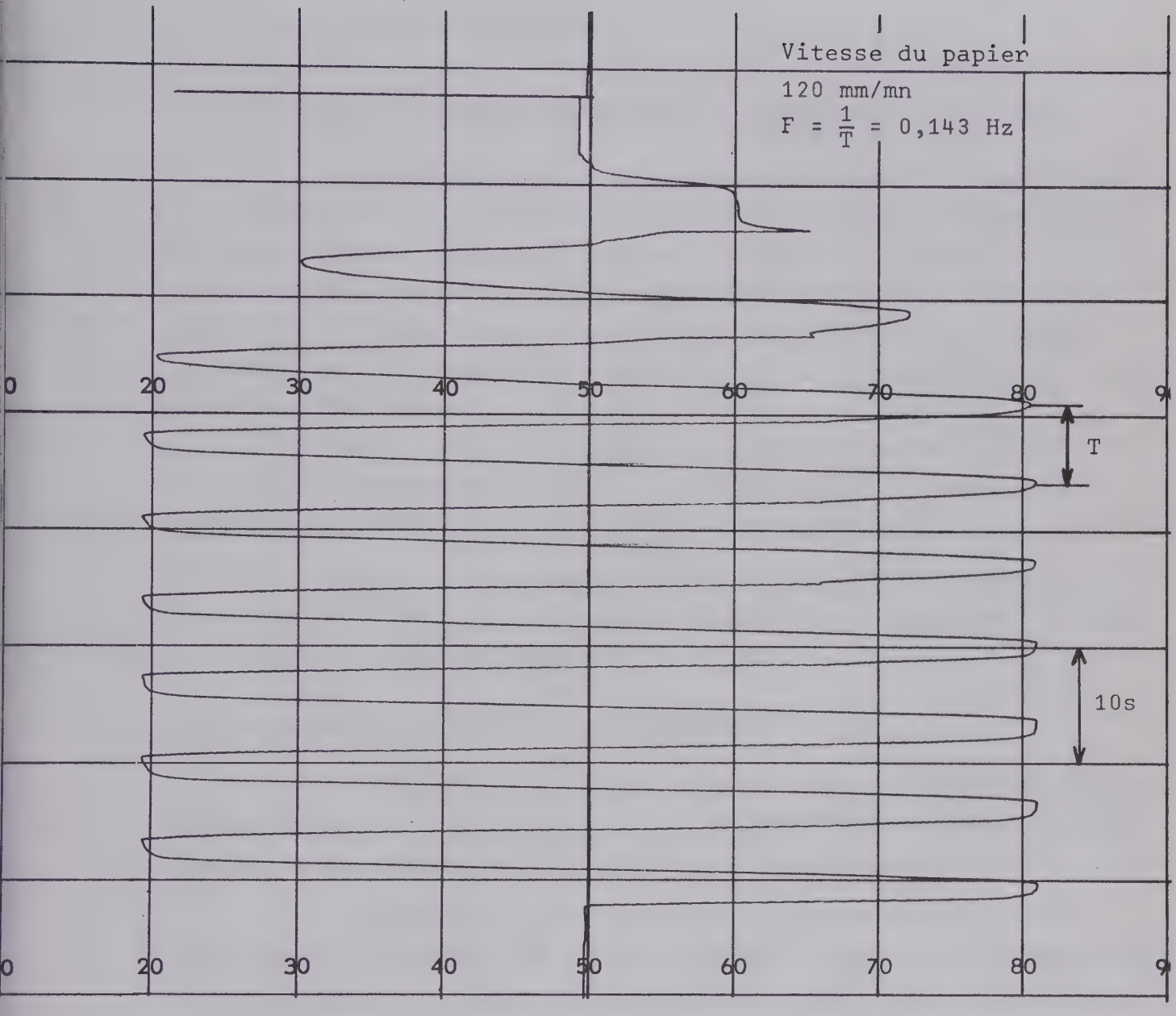


FIGURE II-22

Si l'on ramène le gain de la manipulation au gain théorique par une translation verticale de la courbe (1) de + 7 dB, on obtient le lieu (3) qui montre que l'asservissement réel est stable mais que sa fréquence de résonance (0,07 Hz) s'est trouvée pratiquement divisée par deux par les retards parasites.

II-4 REALISATION DEFINITIVE

II-4-1 Calcul du gain nécessaire à la précision souhaitée

Nous avons vu que si un système asservi possède dans sa chaine directe une intégration (servomoteur) l'erreur théorique en régime permanent est nulle. Or pratiquement il existe une zone pour laquelle l'asservissement ne fournit aucune réponse. Cette zone correspond au seuil de démarrage du moteur et est d'autant plus faible que le gain de l'amplificateur d'erreur est plus élevé.

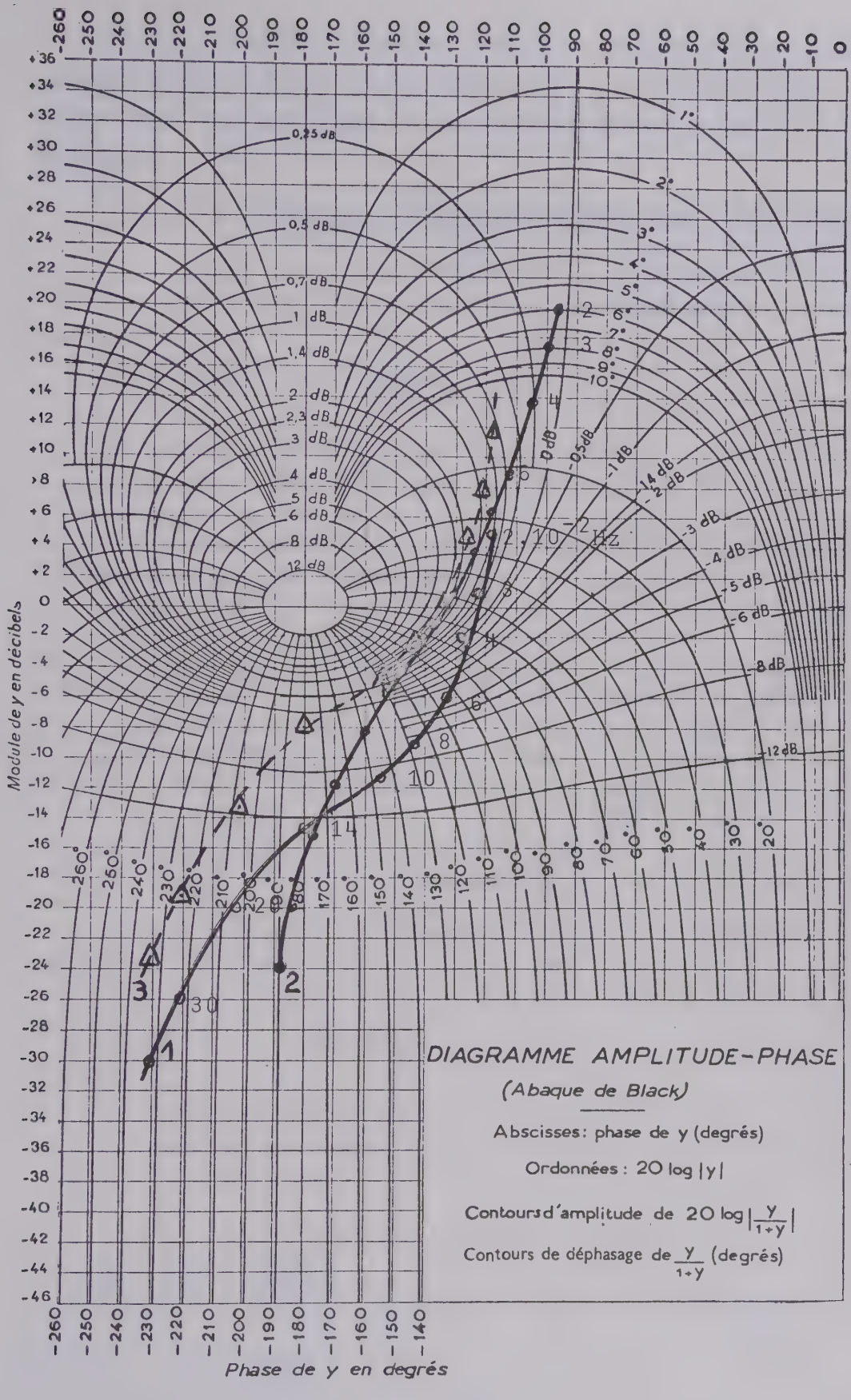
Dans notre cas pour une amplification de $1{,}8.10^{4}$ et un seuil de démarrage de 0,8 V, l'asservissement ne pourra répondre que si le signal d'erreur est supérieur à 45 microvolts.

Pour que la valeur finale de la pression soit donnée à $\pm\ 0{,}1.10^{-4}$ Torr, il est alors nécessaire d'augmenter le gain de l'amplificateur d'erreur de 6 à 8 dB.

II-4-2 Compensation du servomécanisme

La figure II-23 montre que si l'on effectue une translation verticale de 8 dB de la courbe (3) le système est à la limite de la stabilité (coefficient d'amortissement nul).

La compensation a pour but de déformer le lieu de transfert en boucle ouverte dans la zone de résonance pour permettre l'augmentation souhaitée du gain sans nuire à la stabilité du montage.



(1) Courbe expérimentale
(2) Courbe théorique
(3) Courbe (1) après translation de +7dB

FIGURE II-23

Il existe deux méthodes de compensation couramment employées dans la mise au point des asservissements. Rappelons brièvement le principe et les propriétés de chacune de ces méthodes.

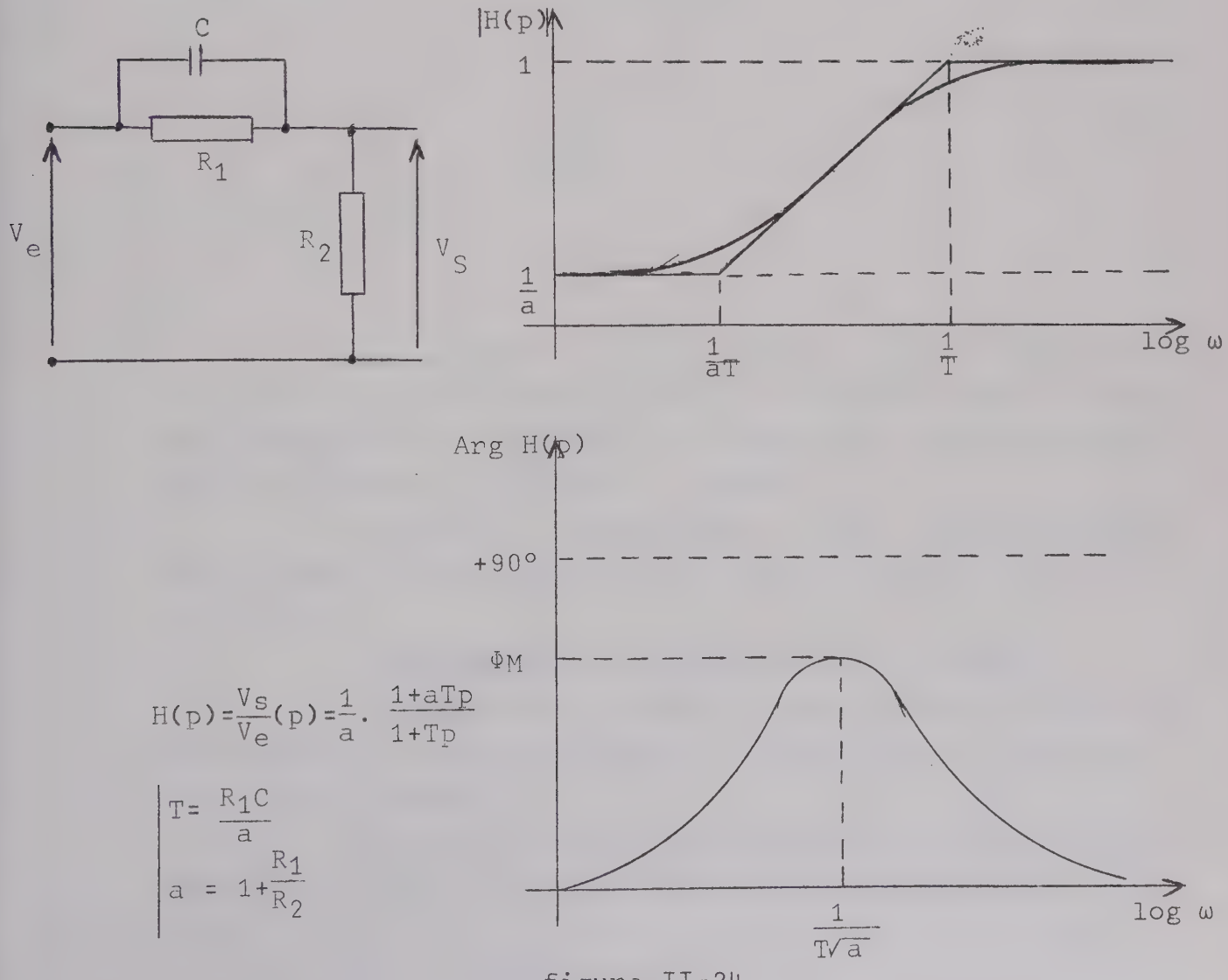
1) Compensation dérivée (par avance de phase)

Cette technique consiste à introduire dans la chaine directe un réseau correcteur dont la fonction de transfert est de la forme

$$H(p) = \frac{1}{a} \cdot \frac{1+aTp}{1+Tp}$$

a > 1 est le facteur d'avance de phase
T est la constante de temps du réseau

La figure II-24 montre le schéma et la réponse en fréquence d'un tel réseau.

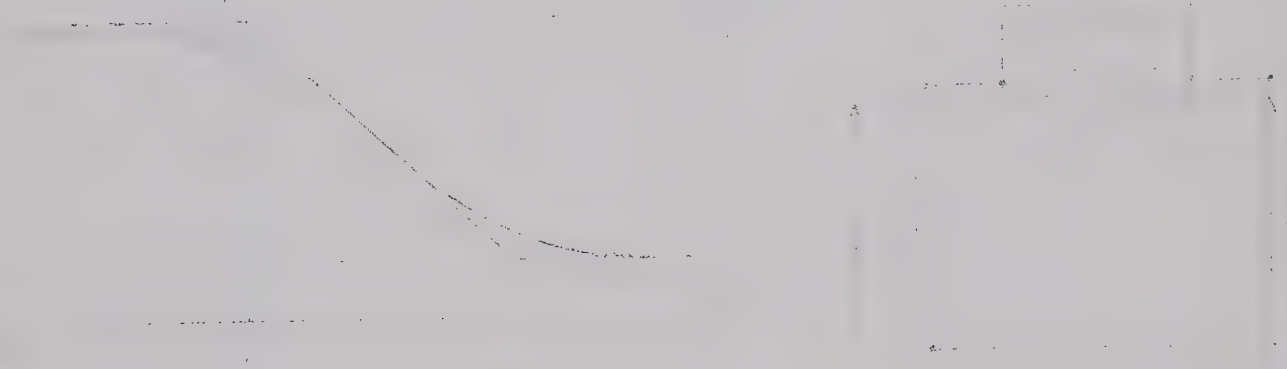


$$H(p) = \frac{Vs}{Ve}(p) = \frac{1}{a} \cdot \frac{1+aTp}{1+Tp}$$

$$T = \frac{R_1 C}{a}$$

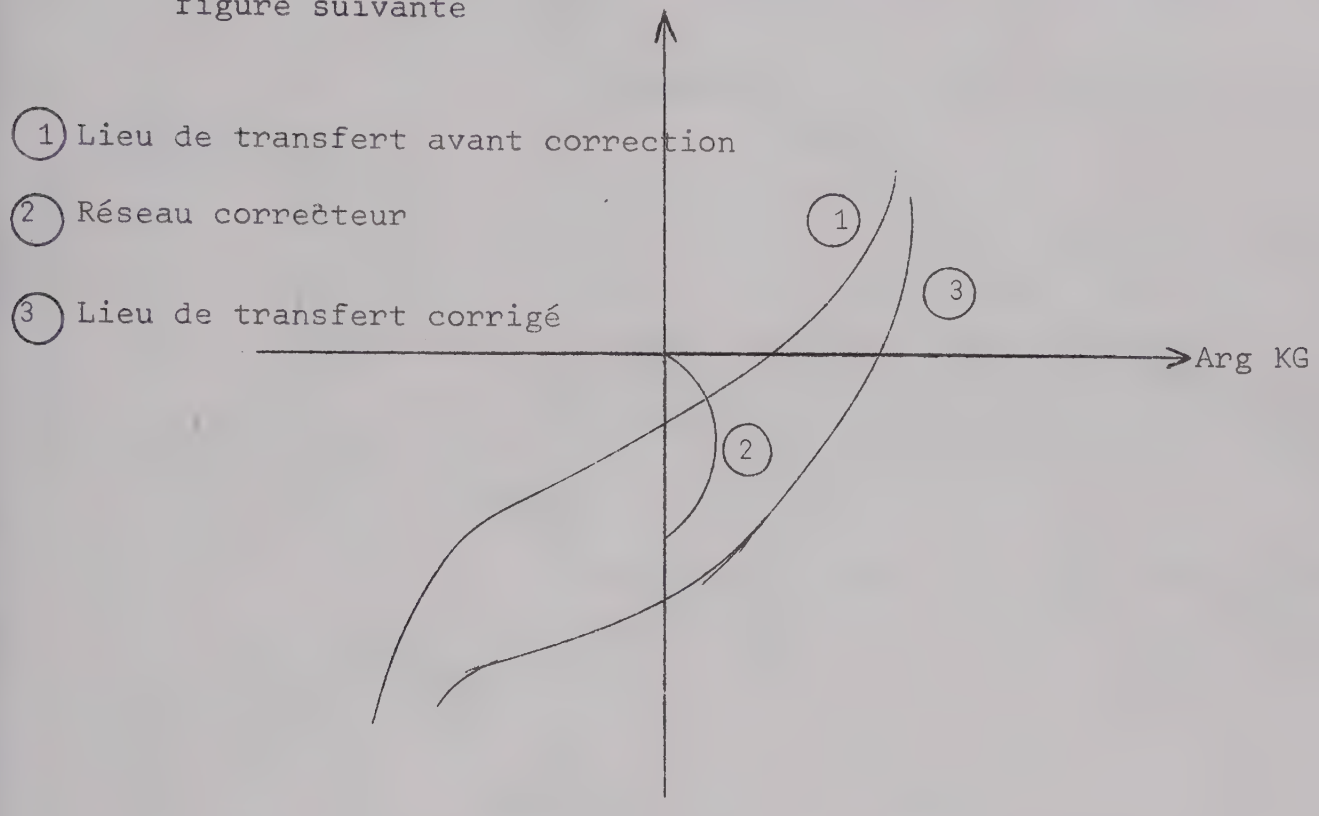
$$a = 1 + \frac{R_1}{R_2}$$

figure II-24



L'avance de phase maximum Φ_M se produit à la fréquence $f_M = \frac{1}{2\pi T\sqrt{a}}$.

Si l'on choisit pour f_M la fréquence de résonance f_R du lieu de transfert en boucle ouverte, il est possible de déformer ce lieu et d'augmenter la stabilité comme le montre la figure suivante



Pour un gain en boucle ouverte avant et après correction identiques, la compensation par avance de phase à l'avantage d'augmenter la rapidité transitoire des asservissements donc de diminuer leur temps de réponse.

Le principal inconvénient de cette technique réside dans l'augmentation importante du bruit superposé au signal d'erreur.

2) Compensation intégrale (retard de phase)

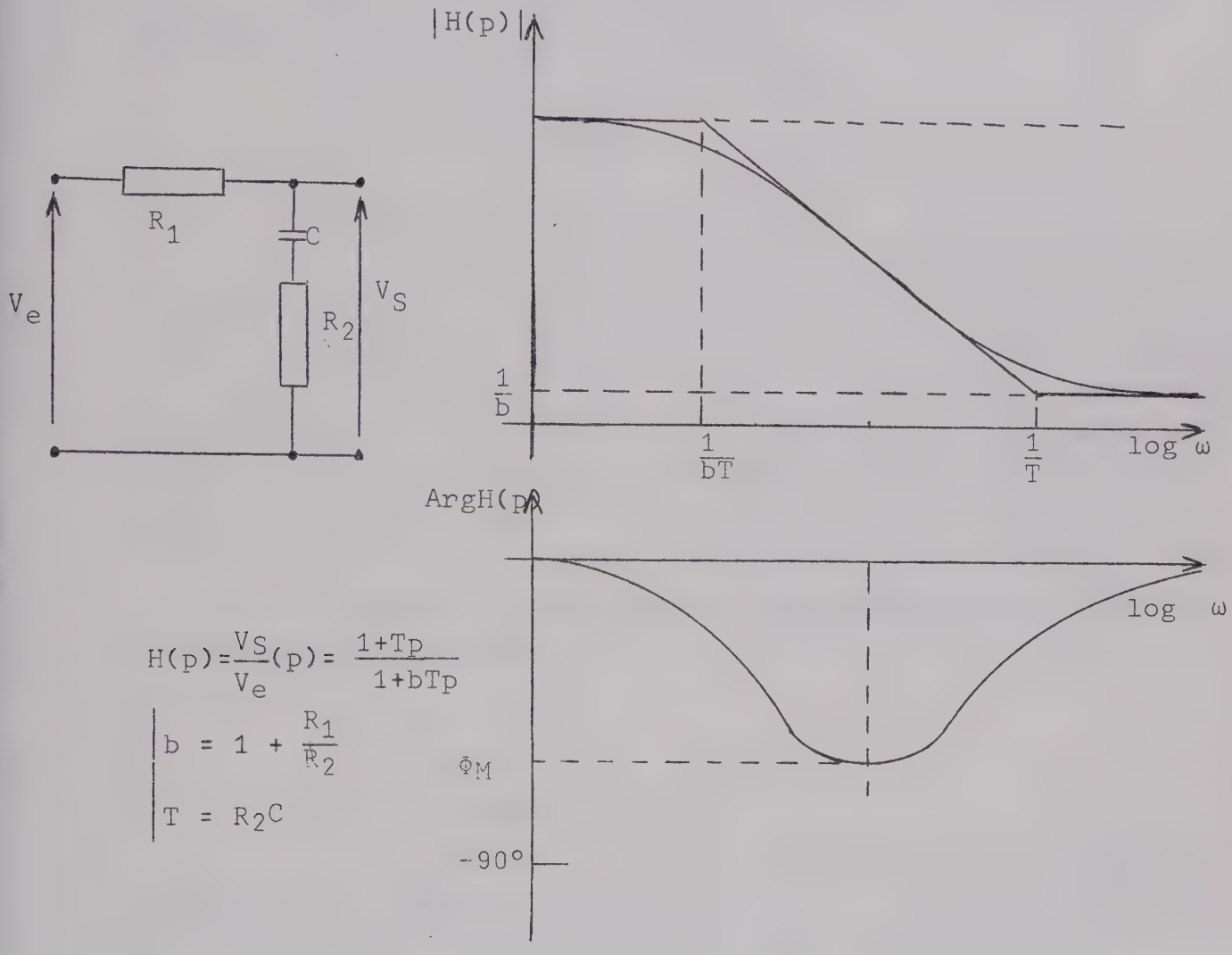
La compensation intégrale permet, pour un amortissement donné du régime transitoire, d'augmenter la précision de l'asservissement.

Elle consiste à introduire dans la chaine directe un réseau correcteur dont la fonction de transfert est de la forme :

$$H(p) = \frac{1 + Tp}{1 + bTp}$$

b > 1 est un paramètre dont la valeur minimale est en première approximation l'accroissement désiré de précision
T est la constante de temps du réseau.

La figure suivante représente le schéma d'un réseau correcteur intégral et les réponses en fréquence correspondantes



$$H(p)=\frac{V_S}{V_e}(p)=\frac{1+Tp}{1+bTp}$$

$$b = 1 + \frac{R_1}{R_2}$$

$$T = R_2C$$

Ce type de réseau introduisant un déphasage négatif peut apparamment nuire à la stabilité du servomécanisme. En fait les fréquences où le réseau exerce son action sont plus basses que la fréquence de résonance d'où un déphasage à cette fréquence faible.

La compensation intégrale contrairement à la compensation dérivée n'augmente pas la rapidité du régime transitoire. Elle aurait parfois plutot tendance à la diminuer lègèrement lorsque la constante de temps intégrale est trop élevée. Par contre elle permet d'augmenter le gain statique tout en ayant un effet favorable sur les bruits superposés au signal d'erreur.

3) Correction dérivée : calcul du réseau correcteur

La fréquence de résonance du lieu de transfert en boucle ouverte étant assez faible ($0{,}7.10^{-1}$Hz) nous avons tenté de l'augmenter par une correction dérivée.

Nous avons donné à la figure II-24 le schéma et la réponse d'un réseau à action dérivée.

Sa fonction de transfert est :

$$H(p) = \frac{1}{a} \quad \frac{1 + aTp}{1 + Tp}$$

Il nous faut déterminer a et T.

Le facteur d'avance de phase a est limité par l'augmentation du bruit superposé au signal d'erreur. Dans notre cas pour ne pas amplifier considérablement le bruit à 50 Hz superposé au signal d'erreur nous avons limité a à la valeur 5. Les courbes générales de la figure II-25 [14] nous montrent que pour cette valeur il faut prévoir une augmentation du gain de l'amplificateur d'erreur de 14 dB et que l'avance de phase maximum est de 42°.

L'avance de phase devant être maximum dans la zone de la fréquence de résonance on a :

$$f_R = f_M = \frac{1}{2\pi T\sqrt{a}} \Longrightarrow \quad T = \frac{1}{2\pi\sqrt{a}\, f_R}$$

Numériquement T = 1,02s.

Cette valeur est en fait une première approximation puisque les fréquences de résonance avant et après compensation sont très différentes. Pratiquement pour le calcul de T on majore généralement F_R de 30 à 50 % ce qui nous donne pour T une valeur de 0,72s.

Les courbes générales de la figure II-25 nous ont permis de tracer point par point le lieu de transfert compensé de l'asservissement.

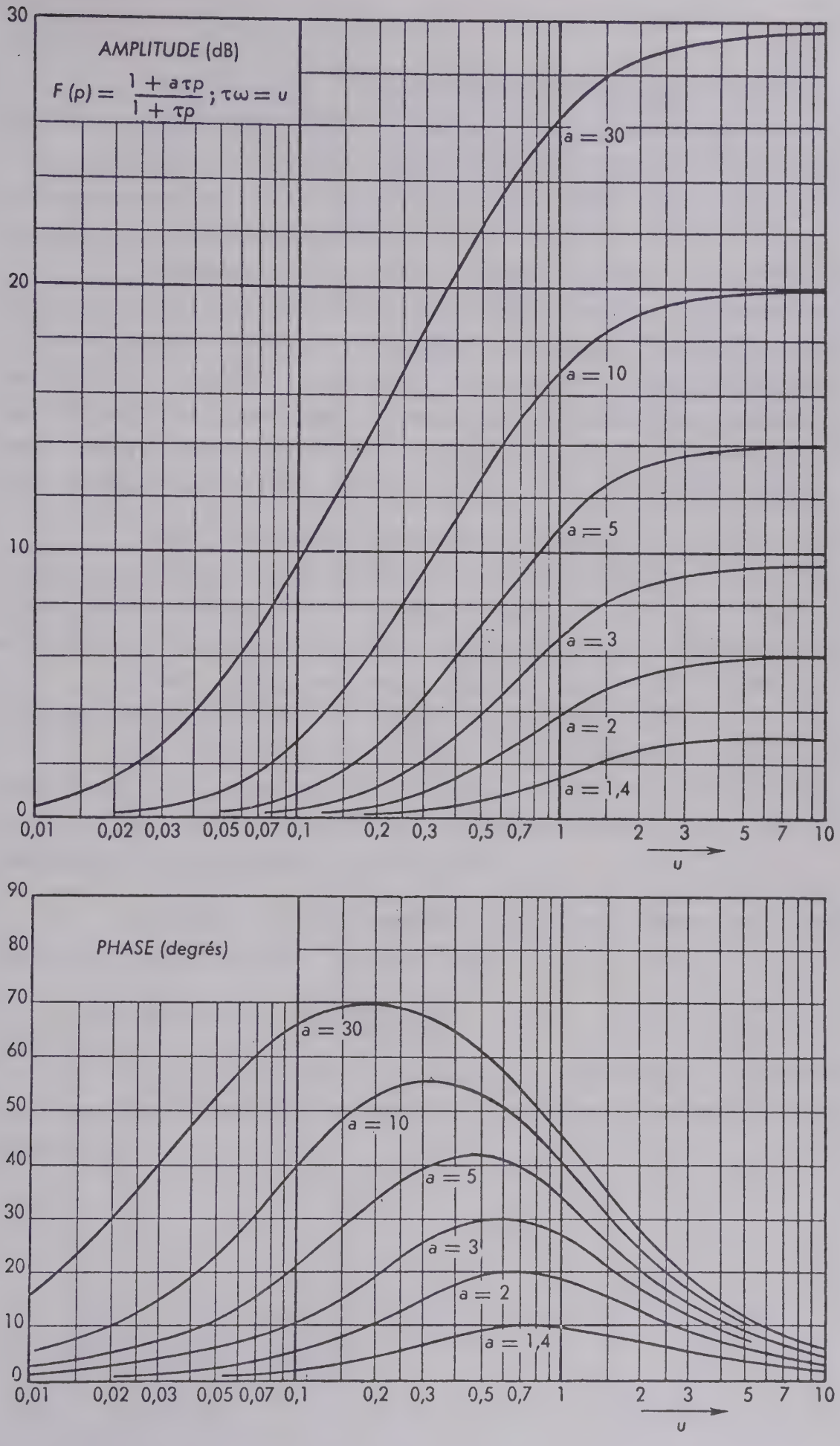

AMPLITUDE (dB)
$F(p) = \frac{1 + a\tau p}{1 + \tau p}$; $\tau\omega = u$
a = 30
a = 10
a = 5
a = 3
a = 2
a = 1,4
30
20
10
0
0,01 0,02 0,03 0,05 0,07 0,1 0,2 0,3 0,5 0,7 1 2 3 5 7 10
u
PHASE (degrés)
a = 30
a = 10
a = 5
a = 3
a = 2
a = 1,4
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
0,01 0,02 0,03 0,05 0,07 0,1 0,2 0,3 0,5 0,7 1 2 3 5 7 10
u

FIGURE II-25

Pour plus de clarté nous avons reproduit ce lieu en échelles normalisées (1cm = 2 dB = 10°) à la figure II-26.

Ce tracé suppose que l'affaiblissement apporté par le réseau correcteur est compensé par une augmentation équivalente du gain de l'amplificateur.

L'examen de la courbe obtenue (courbe 2) montre que la constante de temps choisie est trop élevée. Il suffit en effet de faire glisser sur le graphique un contour de Black 2,3 dB de manière à le rendre tangent à la courbe (2) pour s'apercevoir que la fréquence de résonance a augmenté mais que pour garder le même amortissement il faut diminuer le gain de 3 dB d'où un réseau correcteur néfaste à la précision de l'asservissement.

Pour déterminer une valeur optimale de la constante de temps T du réseau correcteur nous avons tracé point par point les lieux correspondant à des constantes de temps 0,1T ; 0,2T ; 0,3T et 0,5T. La figure II-26 montre les résultats obtenus.

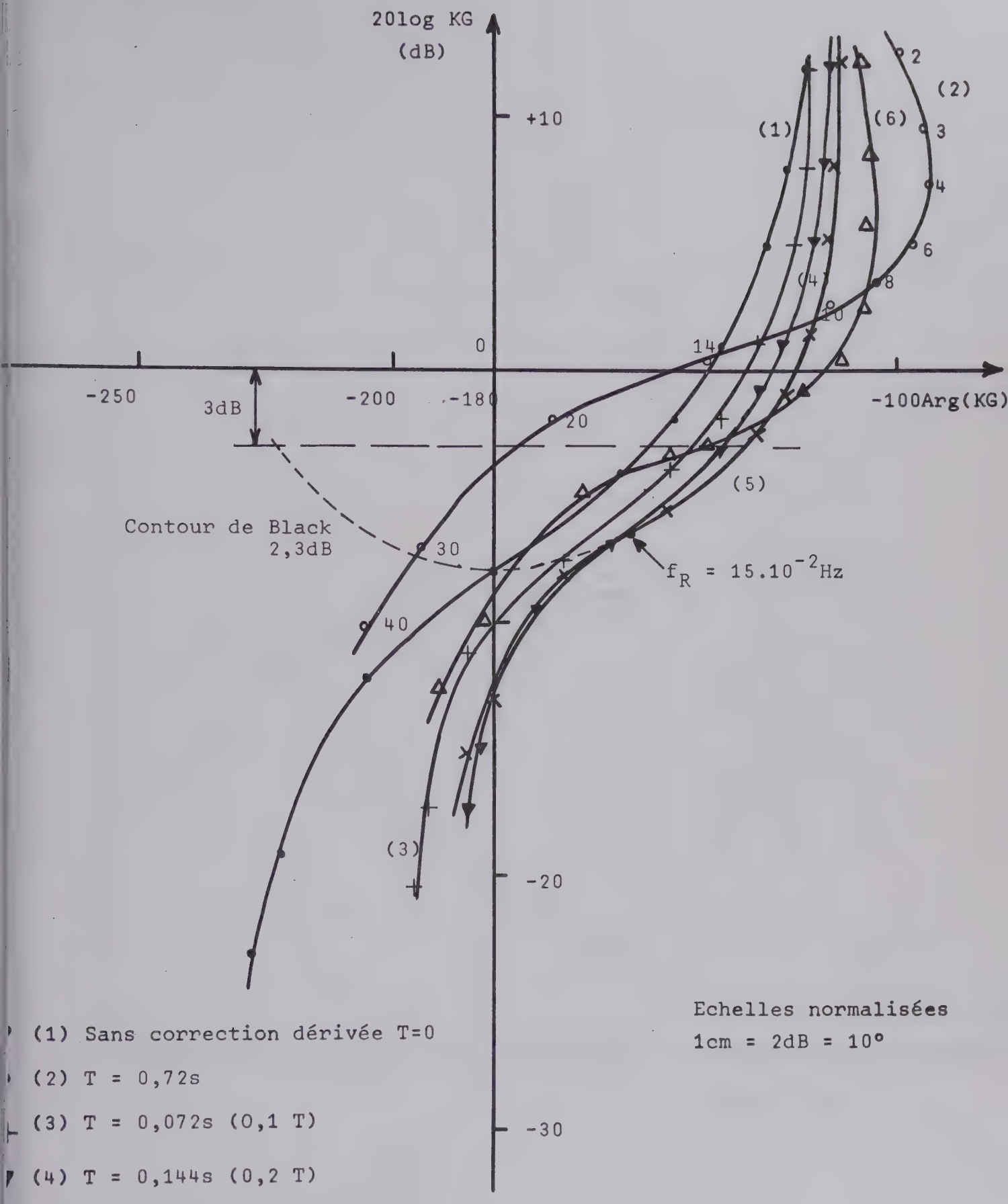
Nous avons noté pour chaque courbe la fréquence de résonance et le gain correspondant à un amortissement de 2,3 dB.

La figure II-27 montre qu'il existe une valeur optimale pour T qui est sensiblement le tiers de la valeur calculée. Au delà le gain statique diminue considérablement alors que la fréquence de résonance augmente peu.

La fonction de transfert du réseau correcteur correspondant à cette valeur optimale est :

$$H(p) = \frac{1}{5} \cdot \frac{1 + 5.0,22p}{1 + 0,22p}$$

Pour ce réglage, le temps de réponse de l'asservissement est pratiquement réduit de moitié et son gain statique est augmenté de 3 dB.



(1) Sans correction dérivée T=0

(2) T = 0,72s

(3) T = 0,072s (0,1 T)

(4) T = 0,144s (0,2 T)

(5) T = 0,216s (0,3 T)

(6) T = 0,36s (0,5 T)

Echelles normalisées
1cm = 2dB = 10°

FIGURE II-26

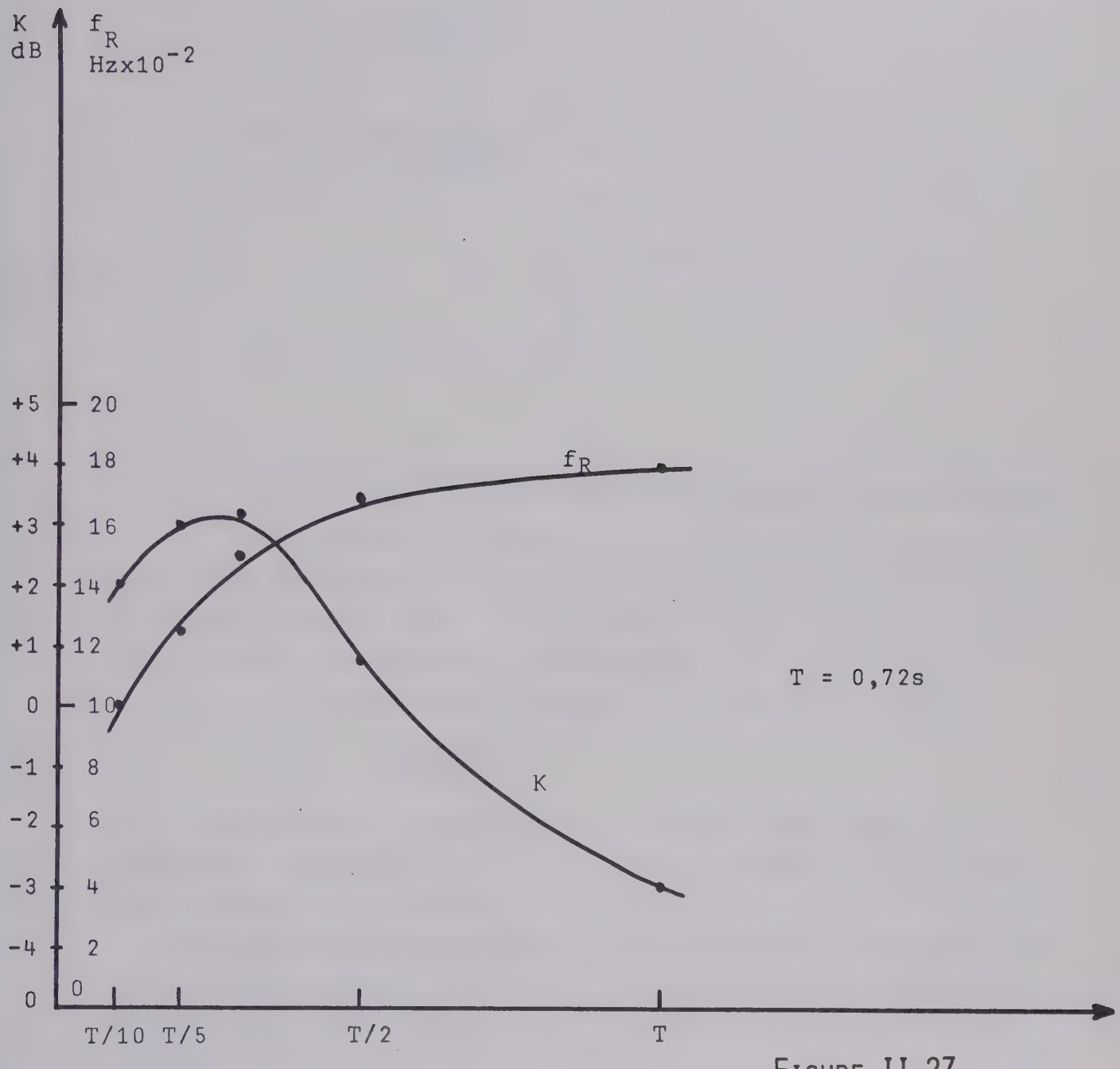
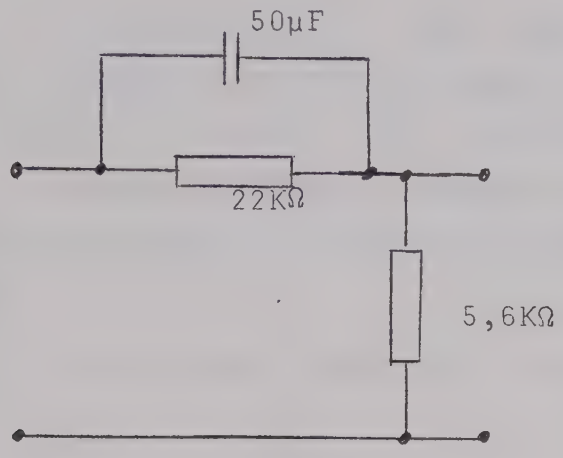

K
dB
f_R
Hzx10^{-2}
+5
+4
+3
+2
+1
0
-1
-2
-3
-4
0
20
18
16
14
12
10
8
6
4
2
0
f_R
K
T/10
T/5
T/2
T
T = 0,72s

FIGURE II-27

Nous pouvons obtenir la fonction de transfert ci-dessus à l'aide d'un réseau R-C passif dont le schéma et la valeur des éléments sont donnés à la figure suivante.



4) Correction intégrale : calcul du réseau correcteur

La correction dérivée nous a permis d'augmenter le gain de 3 dB ce qui est insuffisant pour la précision souhaitée. Un réseau intégral est donc nécessaire pour augmenter le gain sans altérer la fréquence de résonance.

La fonction de transfert d'un tel réseau est :

$$H(p) = \frac{1 + Tip}{1 + bTip}$$

b est en première approximation l'accroissement désiré de précision. En prenant b = 3 nous pouvons espérer une augmentation de gain de 8 à 10 dB.
Ti constante de temps intégrale est déterminée de manière que le déphasage parasite introduit par le réseau à la fréquence de résonance soit inférieur à ϕ radians. ϕ étant une valeur donnée on obtient Ti par la relation

$$Ti \geqslant \frac{1}{\omega R.\phi}$$

Si l'on impose $\phi = 0,1$ rd on obtient

$Ti \geqslant 10s.$

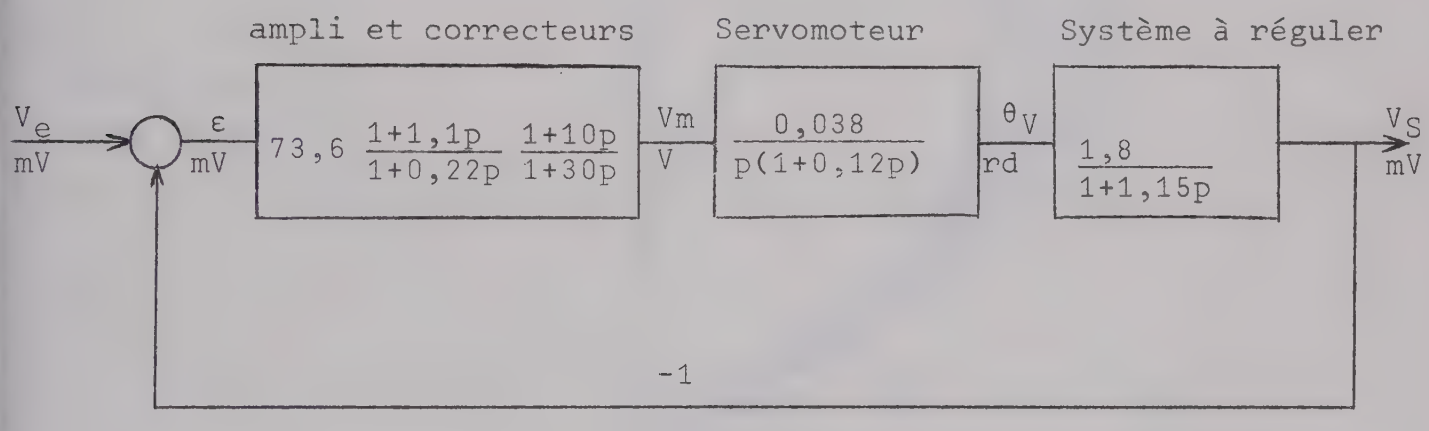
Nous avons tracé à la figure II-28 le lieu de transfert en boucle ouverte avec correction dérivée de l'asservissement (courbe 1) puis par la même technique que pour la

compensation dérivée nous avons tracé point par point les lieux de transfert correspondant à des constantes de temps intégrales Ti = 10s, Ti = 5s et Ti = 20s.

La courbe 2 (Ti = 10s) semble la plus favorable puisqu'elle permet un accroissement du gain de 12,2 dB et que la fréquence de résonance est inchangée.

L'asservissement définitif réalisé correspond au lieu de transfert 2 de la figure II-28 après translation de 12,2 dB.

Le diagramme définitif est représenté ci-contre



La réalisation pratique d'un réseau correcteur passif à action intégrale pose souvent des problèmes technologiques du fait des grandes constantes de temps utilisées.

Nous avons tenté de mettre au point un réseau correcteur actif pouvant effectuer à la fois l'action intégrale et l'action dérivée.

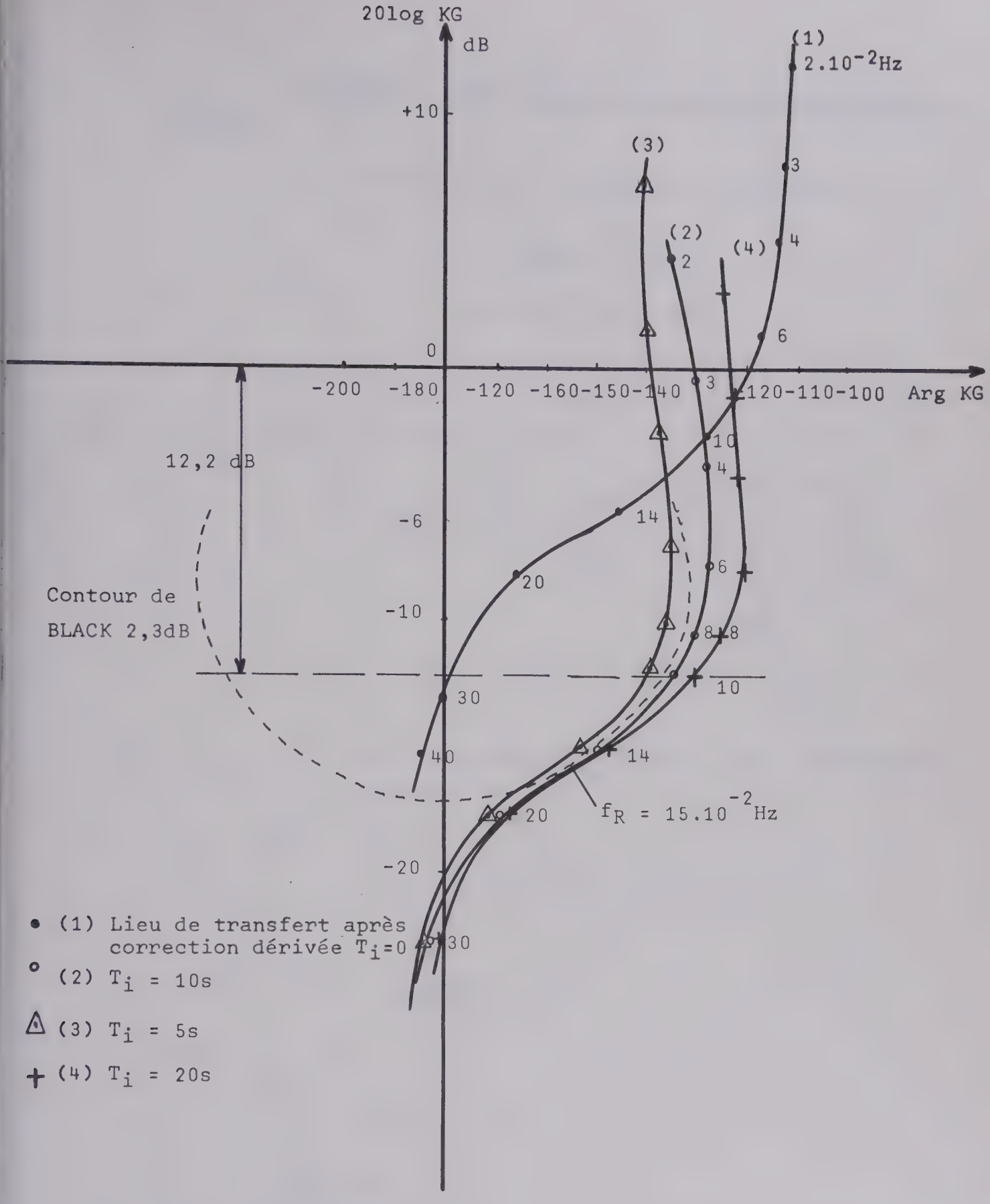
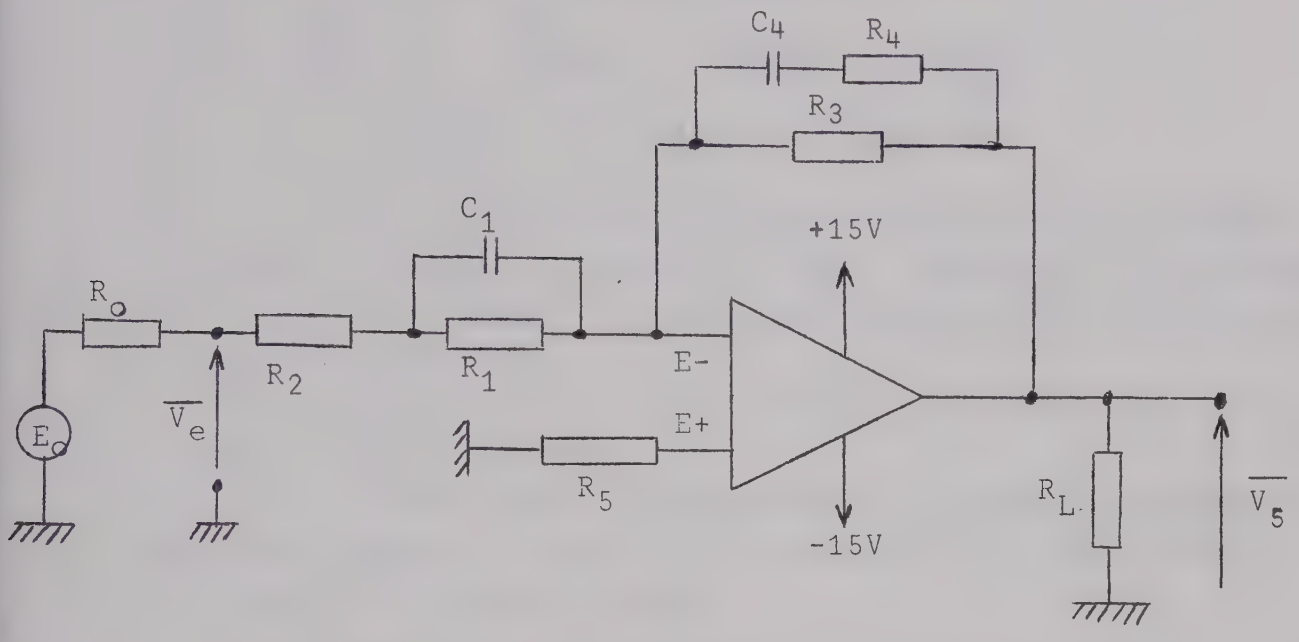

20log KG
dB
+10
0
-6
-10
-20
-200 -180 -120 -160-150-140 -120-110-100 Arg KG
12,2 dB
Contour de
BLACK 2,3dB
(1)
2.10⁻²Hz
(2)
(3)
(4)
f_R = 15.10⁻² Hz
• (1) Lieu de transfert après correction dérivée T_i=0
° (2) T_i = 10s
△ (3) T_i = 5s
+ (4) T_i = 20s

FIGURE II-28

5) Circuit actif à action proportionnelle, intégrale, dérivée

Le schéma proposé est représenté ci-dessous



Si le gain en boucle ouverte de l'ampli opérationnel est très grand nous avons

$$\overline{A} = \frac{\overline{V_S}}{\overline{V_e}} \simeq - \frac{\overline{z_2}}{\overline{z_1}}$$

avec $$\overline{z_1} = (R_1 + R_2) \frac{1+\frac{R_1}{R_1+R_2} R_2C_2j\omega}{1 + R_2C_2j\omega}$$

$$\overline{z_2} = R_3 \frac{1+R_4C_4j\omega}{1+(R_3+R_4)C_4j\omega}$$

Posons

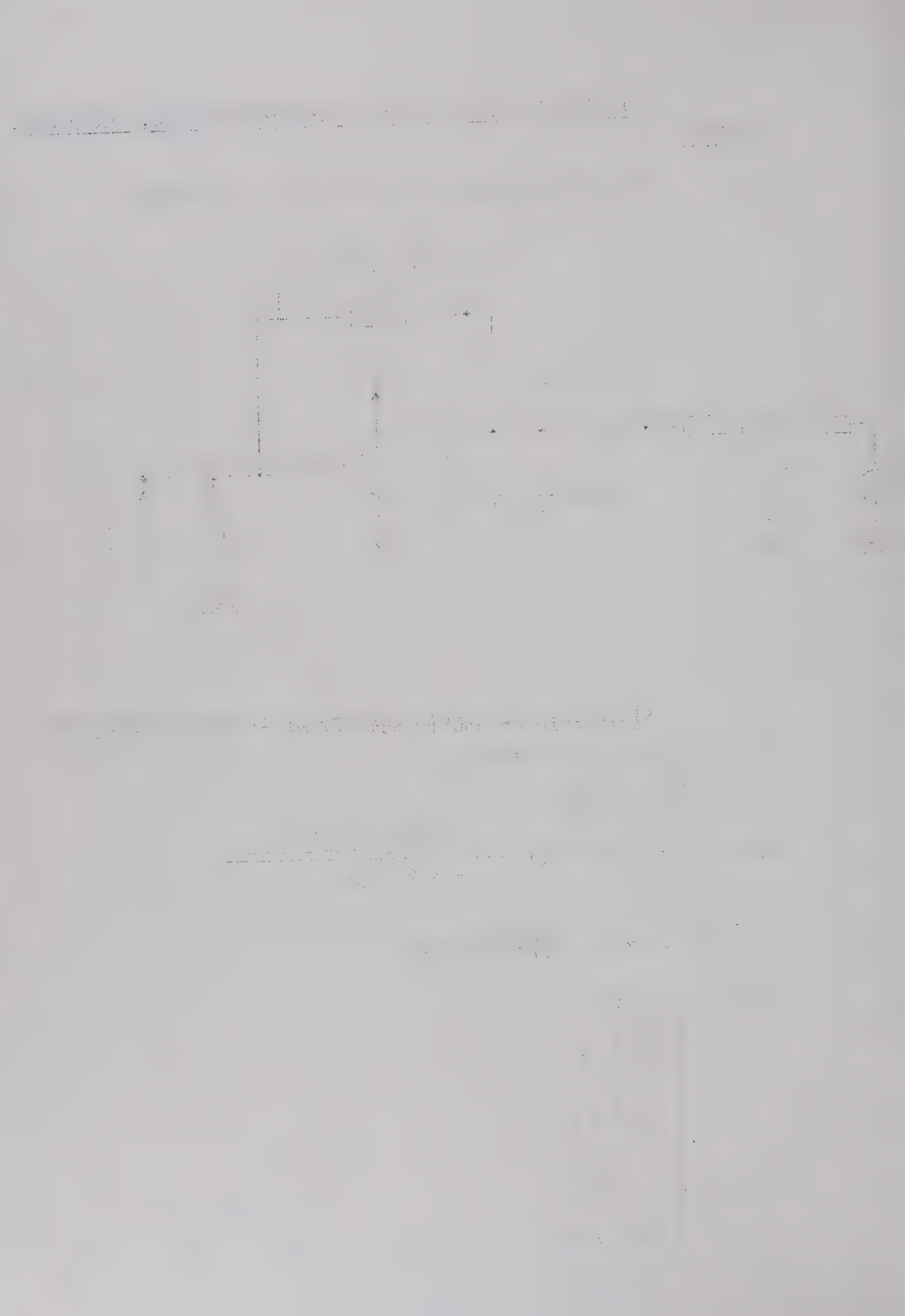
$p = j\omega$

$\frac{R_1+R_2}{R_1} = a$

$\frac{R_2C_2}{a} = T$

$b = \frac{R_3+R_4}{R_4}$

$R_4C_4 = Ti$



On obtient $\overline{z_1} = R_1 + R_2 \frac{1 + Tp}{1 + aTp}$

$$\overline{z_2} = R_3 \frac{1 + Tip}{1 + bTip}$$

D'où la fonction de transfert

$$A(p) = \frac{Vs}{Ve}(p) = -\frac{R_3}{R_1+R_2} \cdot \frac{1 + Tip}{1 + bTip} \cdot \frac{1 + aTp}{1 + Tp}$$

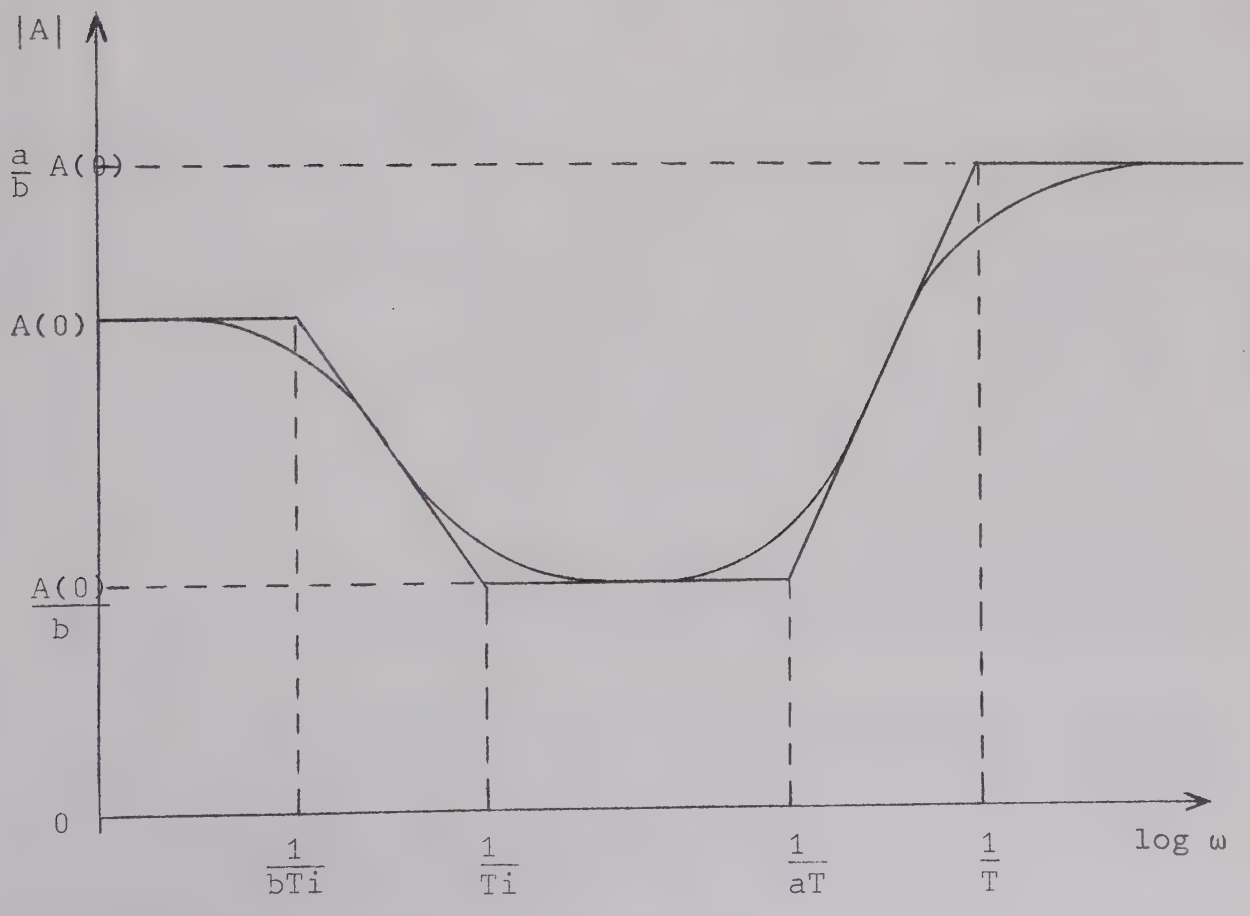
$-\frac{R_3}{R_1+R_2}$ est le gain statique A(0)

Le schéma proposé réalise donc à la fois l'action dérivée, intégrale et possède un gain statique A(0) supérieur à l'unité. Il possède de nombreux avantages sur les réseaux correcteurs conventionnels:

D'une part l'action dérivée s'effectue sans atténuation du signal d'entrée.

D'autre part la réalisation du circuit d'intégration est facilitée par l'emploi de résistances de contre réaction (R_3 et R_4) de fortes valeurs.

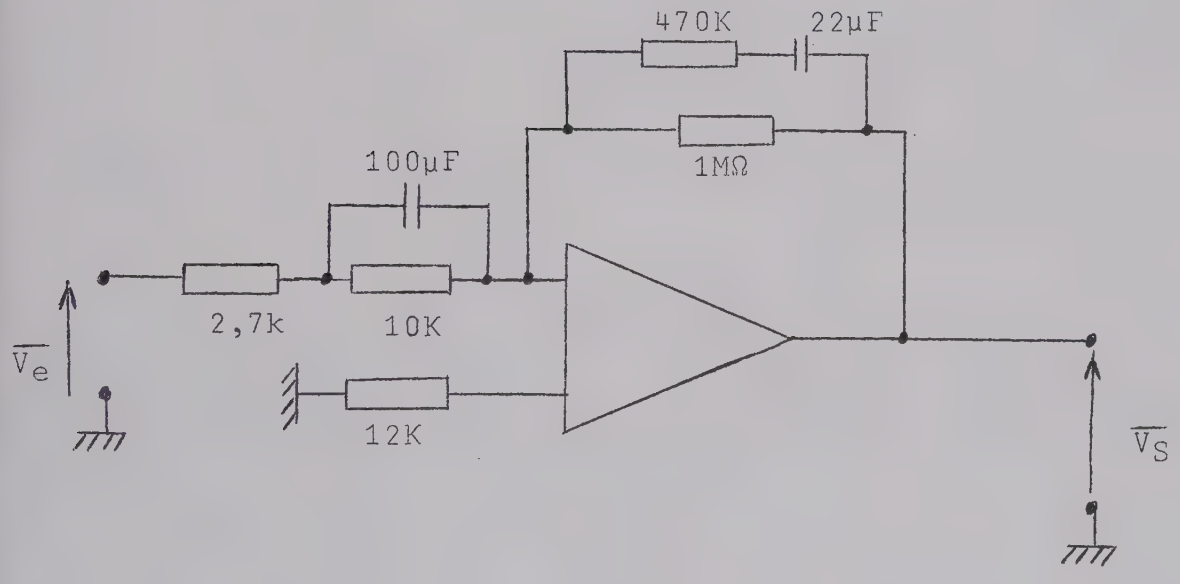
On peut donner une allure de la réponse $|A| = f(\omega)$ du circuit actif par le diagramme asymptotique suivant :



L'adaptation du circuit actif à l'asservissement de pression est donnée par la résolution du système d'équations suivantes :

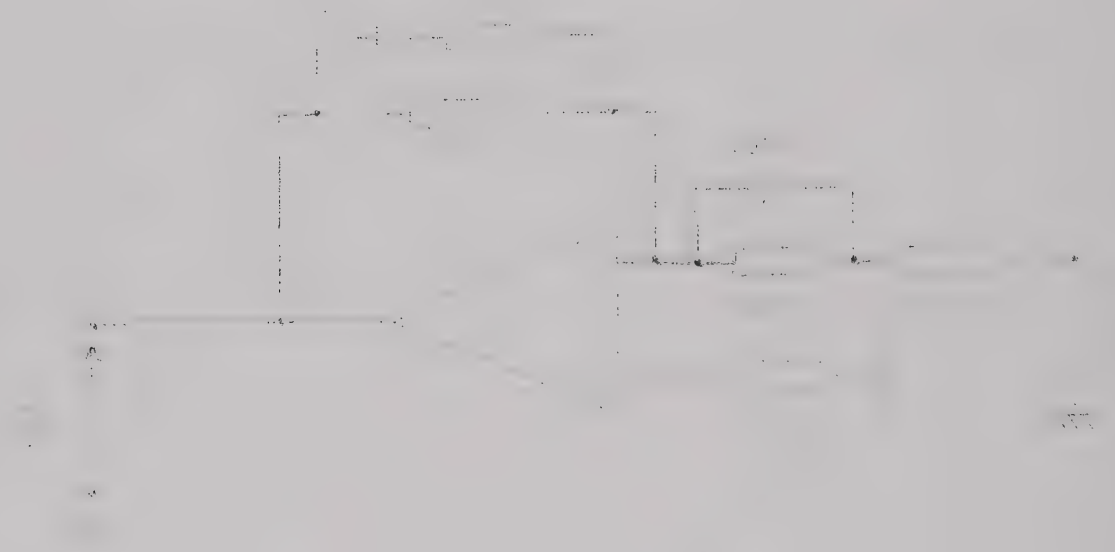
$$\left|\begin{array}{l} \dfrac{R_3}{R_1+R_2} = A(0) = 73,6 \\ 1+\dfrac{R_2}{R_1} = a = 5 \\ \dfrac{R_2C_2}{a} = T = 0,22\ s \\ 1+\dfrac{R_3}{R_4} = b = 3 \\ Ti = R_4C_4 = 10\ s \\ R_5 = R_1 + R_2 \end{array}\right.$$

Numériquement on aboutit au schéma suivant



Nous avons relevé expérimentalement la réponse en fréquence de ce circuit. La figure II-29 montre les résultats obtenus.

Les paramètres a et T de l'action dérivée sont respectés par contre la constante de temps de l'action intégrale est trop élevée. Nous avons du ramener le condensateur C_4 à 15µF pour obtenir la constante de temps Ti calculée.



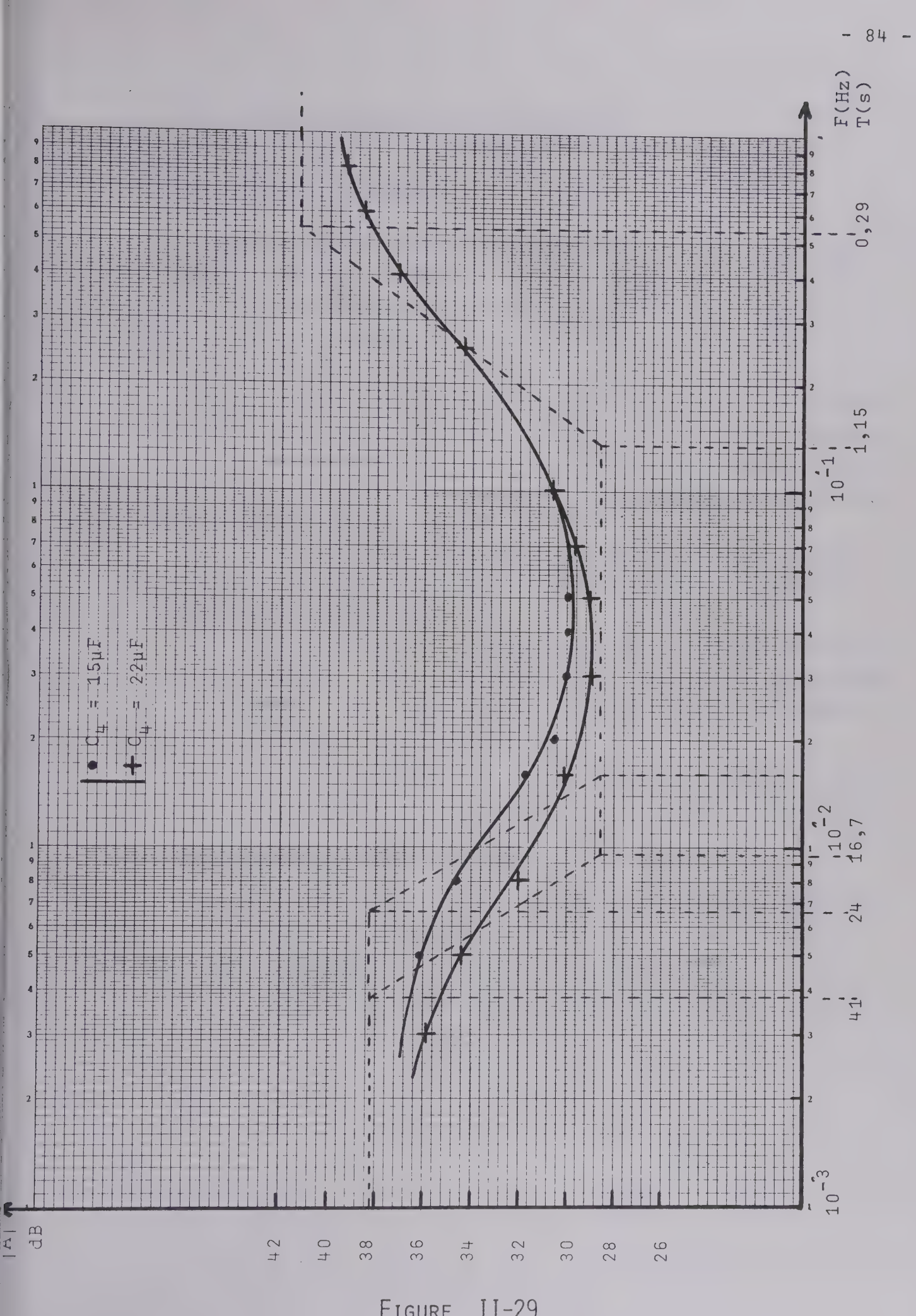

|A|
dB
42
40
38
36
34
32
30
28
26
C_4 = 15µF
C_4 = 22µF
10^{-3}
41
10^{-2}
24
16,7
10^{-1}
1,15
1
0,29
F(Hz)
T(s)

FIGURE II-29

II-5 REALISATION PRATIQUE ET PERFORMANCES

II-5-1 Schéma de l'appareil

Nous avons remplacé l'amplificateur à gain variable de l'avant projet par l'amplificateur à action proportionnelle, intégrale et dérivée légèrement modifié pour inclure dans la boucle de contre réaction, l'étage de puissance adaptateur d'impédance.

Un réglage du gain du préamplificateur est prévu pour ajuster l'amortissement du régime transitoire de l'asservissement.

L'alimentation + et - 15V est réalisée à partir de deux circuits intégrés L037. Le taux de régulation de la tension de sortie est inférieur à 0,5 %.

Les transistors de l'étage de puissance sont montés sur un radiateur permettant un fonctionnement de l'ensemble à une température ambiante de 50°C.

Afin d'éviter des perturbations à la mise en fonctionnement du générateur haute fréquence de pulvérisation cathodique, toutes les entrées des amplificateurs opérationnels sont découplées par un condensateur céramique.

Enfin l'asservissement introduisant une erreur en régime permanent inférieure à $\pm\ 0{,}1.10^{-4}$ Torr nous avons pu prérégler diverses pressions de travail en pulvérisation cathodique. Ces pressions sont 6, 8, 10, 15 et 20.10^{-4} Torr.

La figure II-31 montre une photographie de l'appareil qui a été miniaturisé au maximum. L'ensemble est monté dans un boitier dont les dimensions sont 170 x 100 x 75 mm.

Le schéma de la partie électronique est donné figure II-30.

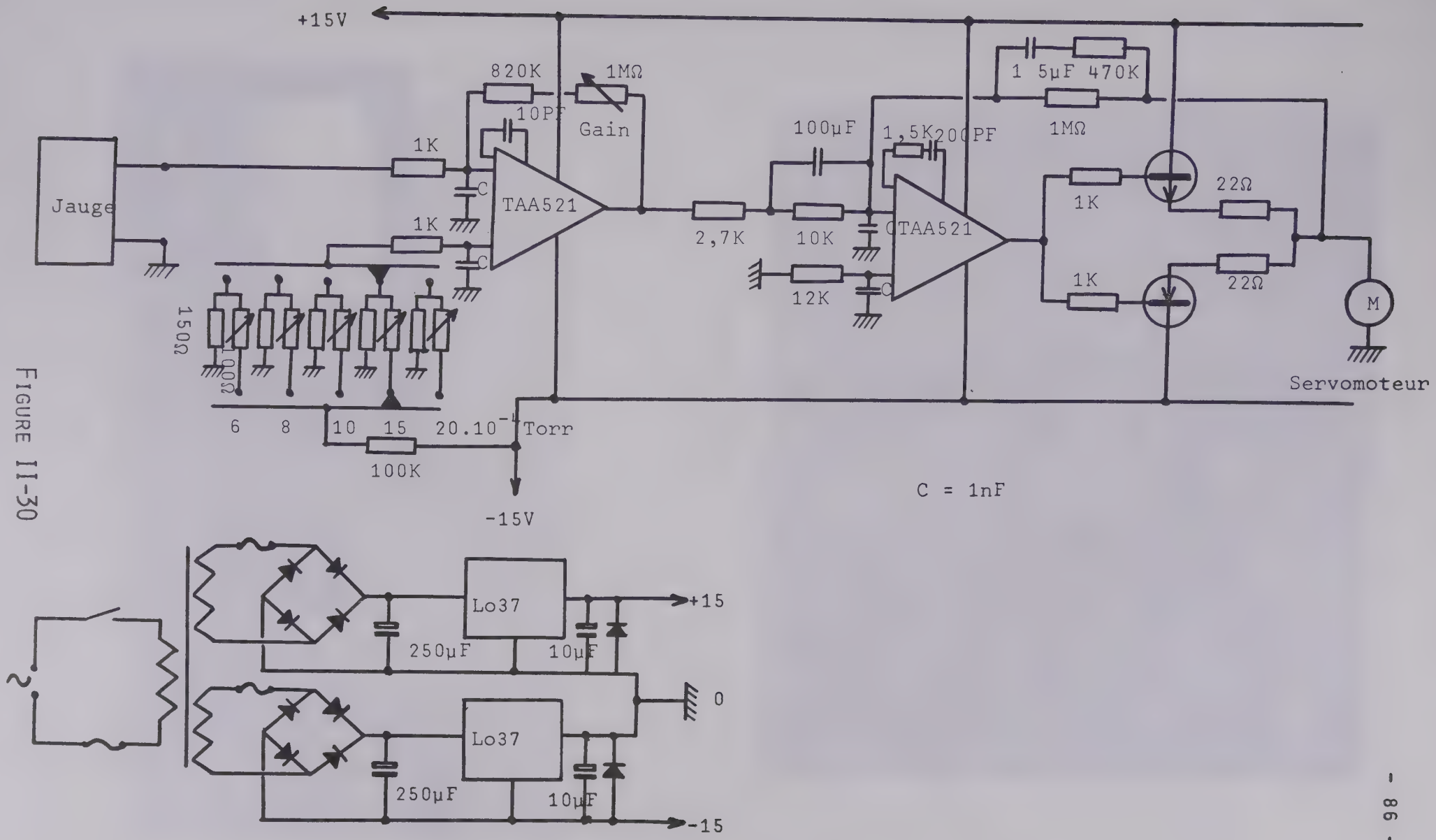

+15V
820K
1MΩ
10PF
Gain
1K
Jauge
TAA521
1K
C
C
150Ω
100Ω
6
8
10
15
20.10⁻⁴Torr
100K
-15V
2,7K
100µF
10K
12K
1,5K
200PF
TAA521
1 5µF 470K
1MΩ
1K
1K
22Ω
22Ω
M
Servomoteur
C = 1nF
Lo37
250µF
10µF
+15
0
Lo37
250µF
10µF
-15

FIGURE II-30

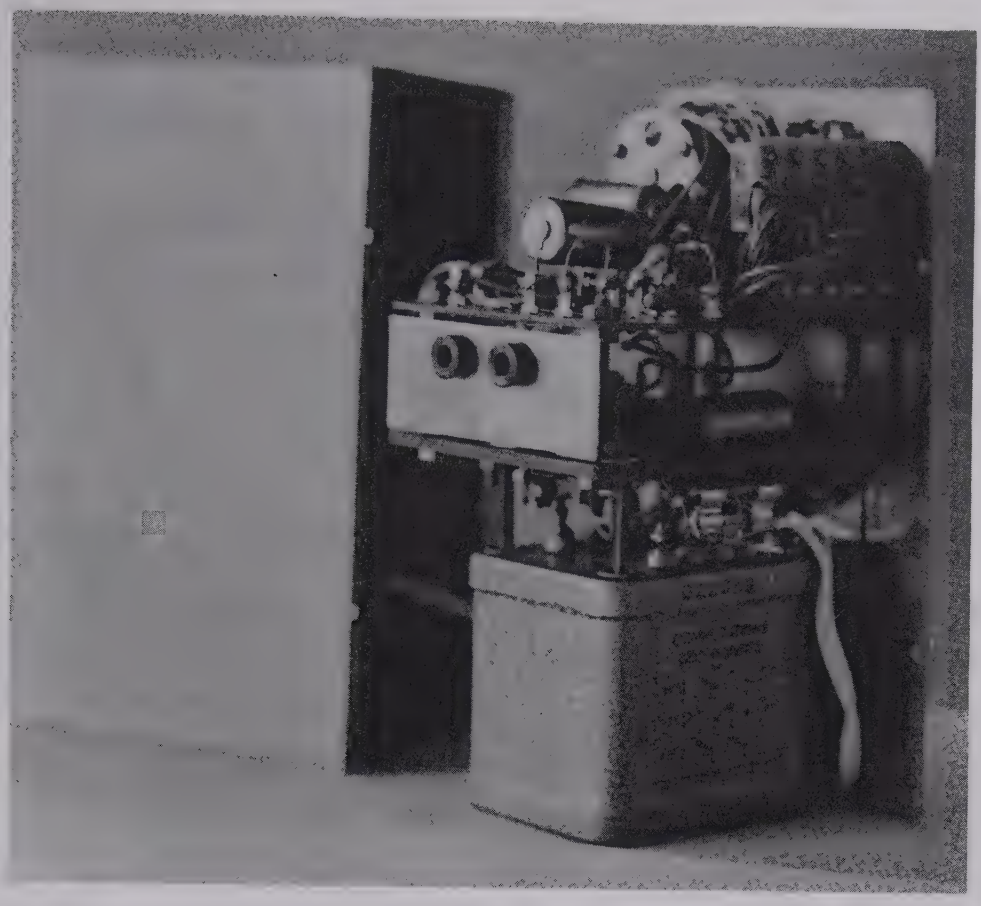


FIGURE II-31-A-

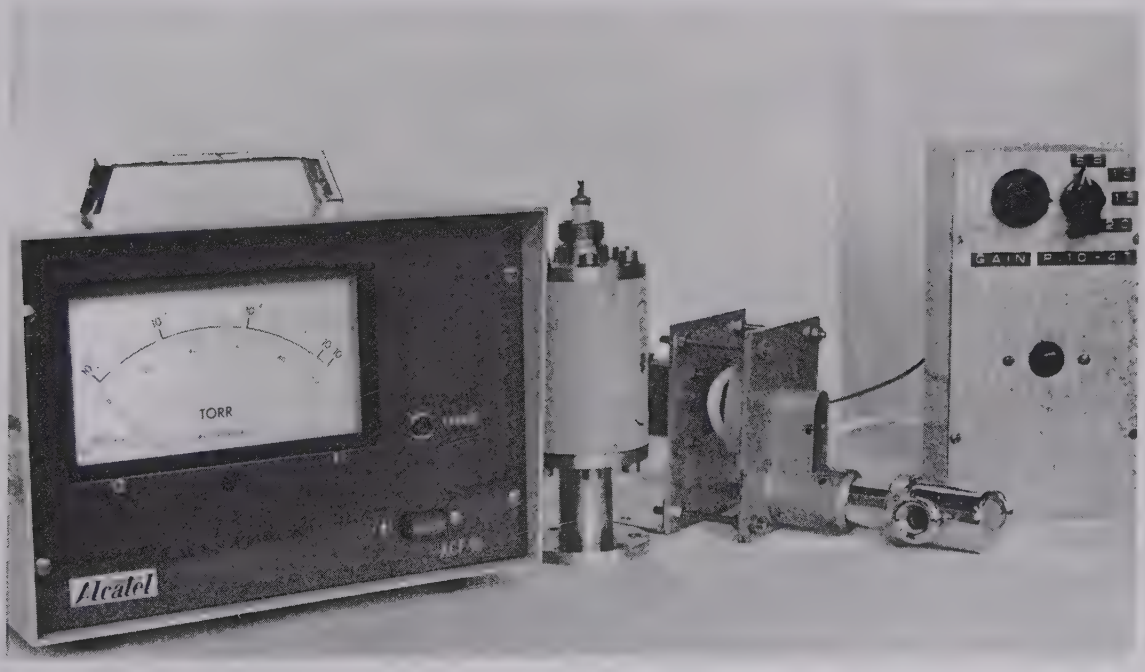


FIGURE II-31-B-

II-5-2 PERFORMANCES DU SERVOMECANISME

Nous avons vérifié le comportement de l'asservissement en enregistrant la réponse à des échelons de la valeur de consigne correspondant aux pressions 6, 8, 10 et 15.10^{-4} Torr.

Pour l'enregistrement nous avons utilisé la sortie enregistreur du coffret de jauge Bayard Alpert qui fournit une tension proportionnelle à la pression sur chaque gamme de mesure, la tension de sortie maximum étant de -100mV.

La figure II-32 montre les résultats obtenus. Durant cette manipulation, le gain de l'amplificateur réglé pour un amortissement optimum à 8.10^{-4} Torr n'a pas été retouché.

Du fait de la variation du gain de la jauge, la réponse est oscillatoire à 6.10^{-4} Torr et apériodique à $1,5.10^{-3}$ Torr.

La figure II-33 montre un essai de régulation autour de la valeur de consigne 8.10^{-4} Torr.

Les écarts maximums sont de l'ordre de $0,2$ à $0,3.10^{-4}$ Torr ce qui correspond sensiblement aux limites imposées par le cahier des charges.

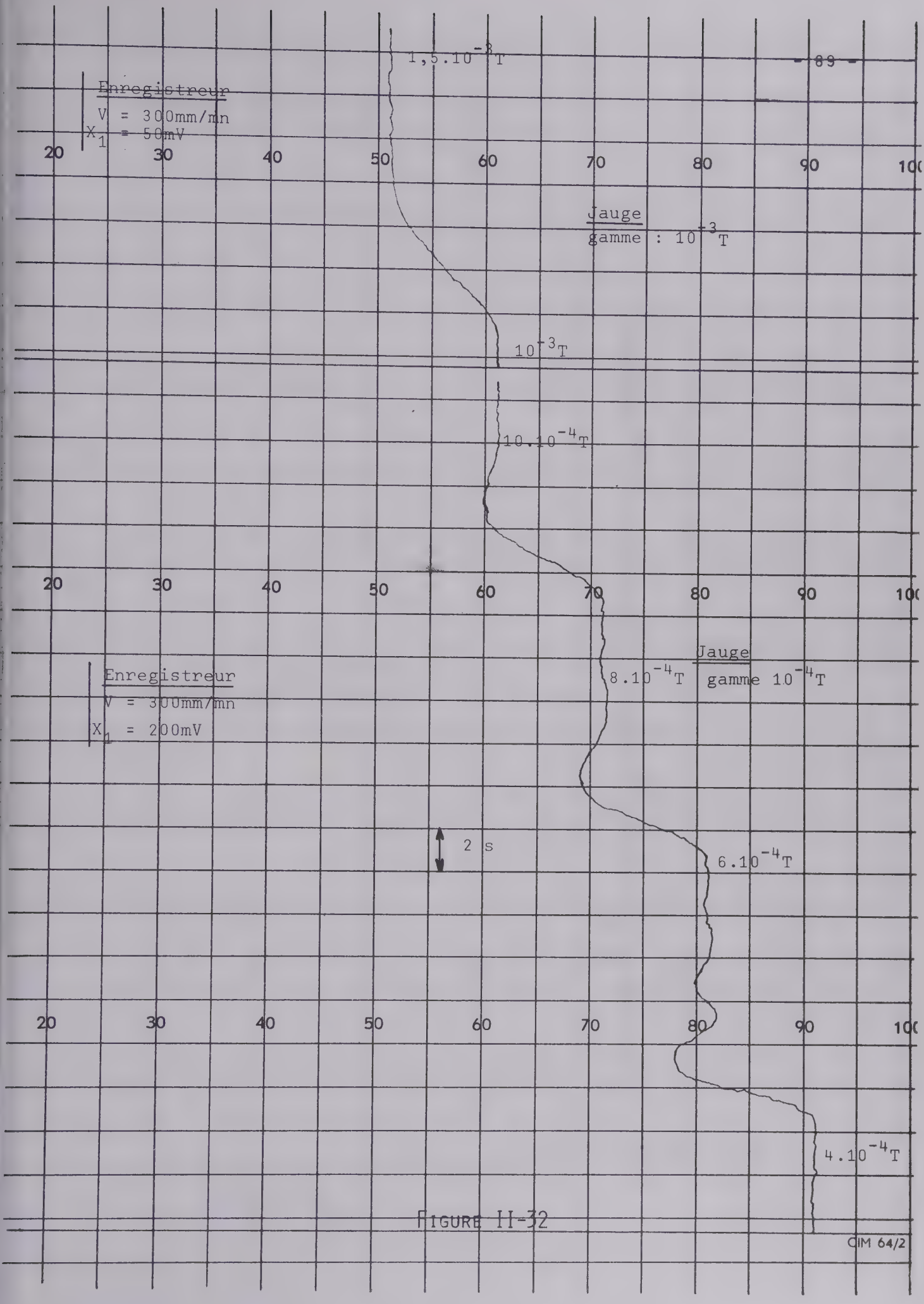


FIGURE II-32

CIM 64/2

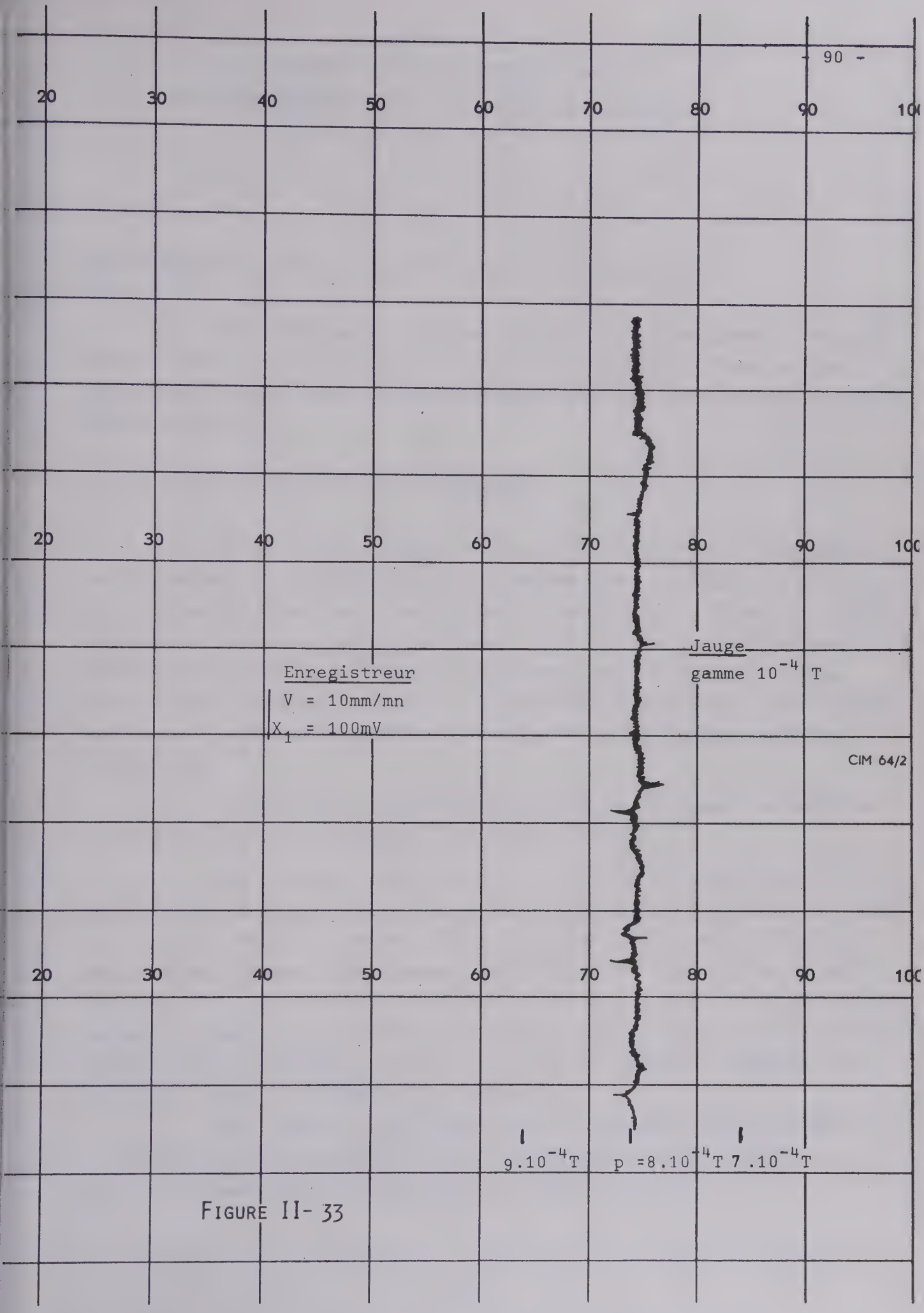

90
20
30
40
50
60
70
80
90
100
Enregistreur
V = 10mm/mn
X_1 = 100mV
Jauge
gamme 10^{-4} T
CIM 64/2
9.10^{-4}T
p = 8.10^{-4}T
7.10^{-4}T

FIGURE II- 33

CHAPITRE III
DEPOT DE COUCHES MINCES PAR PULVERISATION CATHODIQUE RADIO-FREQUENCE

III-1 APPAREILLAGE DE PULVERISATION HAUTE FREQUENCE

Le module de pulvérisation utilisé se compose d'un générateur haute fréquence, d'un boitier de commande, d'une bobine permettant d'appliquer un champ magnétique et d'un ensemble cathode porte substrat.

III-1-1 LE GENERATEUR HAUTE FREQUENCE

Le générateur haute fréquence utilisé fournit un signal de fréquence 27,12 MHz dont la puissance peut atteindre 2 KW. Il se compose de deux tubes de puissance montés en oscillateur CLASSE B push-pull. L'alimentation des tubes est fournie par redressement du secteur triphasé et le courant anodique maximum est de 1A sous 4500 Volts. Les seuls éléments de contrôle disponibles sur l'appareil sont la tension continue d'anode Va et le courant continu d'anode Ia.

L'adaptation de l'oscillateur à la décharge se fait par l'intermédiaire du circuit de la figure III-1.

Une première inductance L_1, dont le couplage avec l'oscillateur est variable, alimente un câble coaxial d'impédance 50 ohms. Le couplage avec la cathode s'effectue par l'intermédiaire d'un boitier adaptateur d'impédance constitué d'un circuit résonnant série L_2-C. La valeur de la capacité C (sous vide) est variable et permet d'adapter l'impédance de la décharge à l'impédance du générateur haute fréquence autorisant ainsi un transfert maximal de puissance vers la décharge luminescente.

Nous avons vu également que la présence du condensateur C en série avec la cathode permet de pulvériser des matériaux isolants ou conducteurs sans modifier l'appareillage.

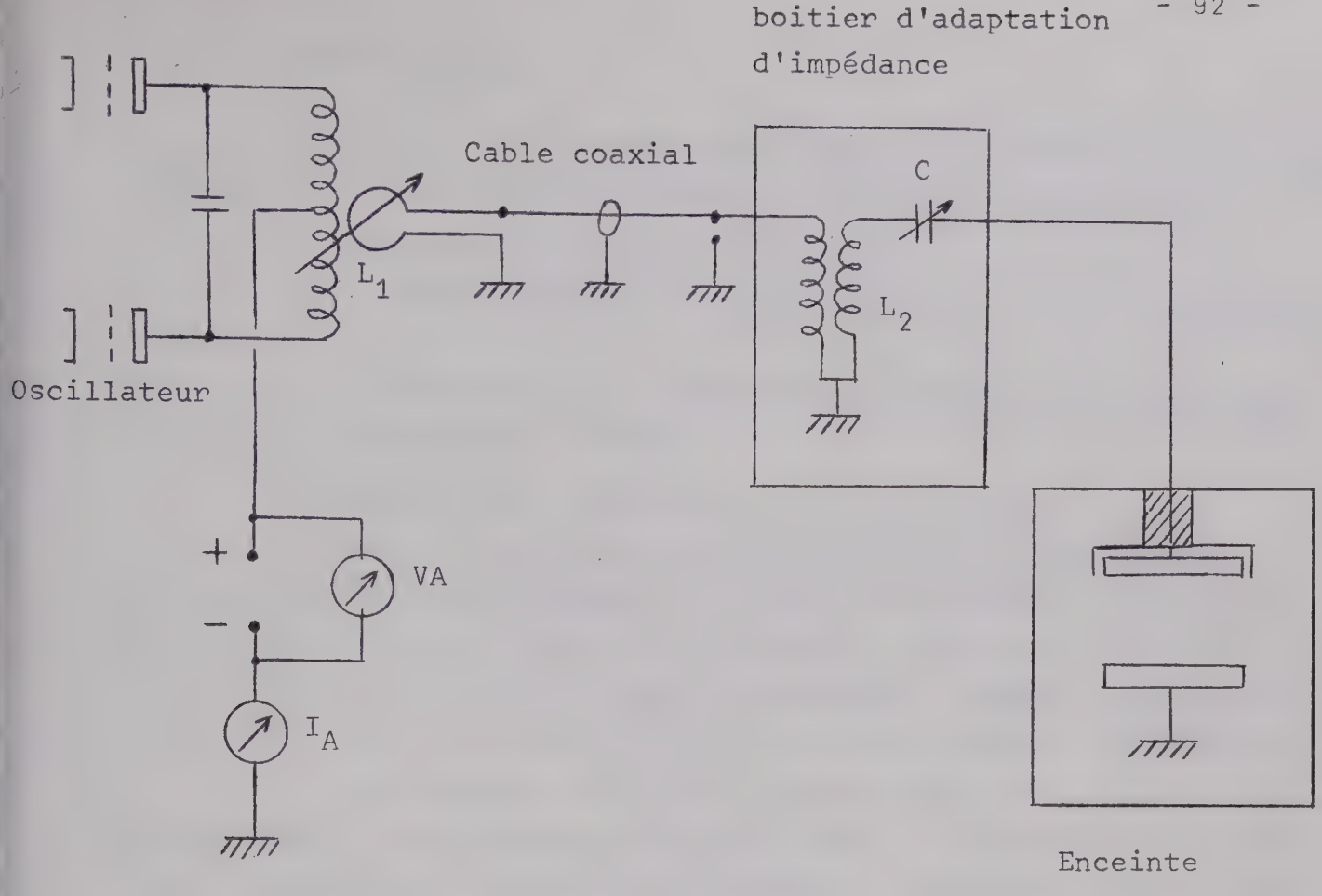


Figure III-1

III-1-2 BOITIER DE COMMANDE DE PULVERISATION

Le boitier de commande rassemble :

- Un dispositif de sécurités contrôlant à la fois la présence d'argon dans l'enceinte à vide et la circulation d'eau de refroidissement de la cathode et du plateau porte substrat.

- Un compteur de capacité 9999 secondes qui permet de prérégler le temps de pulvérisation.

- Une alimentation continue variable fournissant un courant réglable entre 0 et 15 A dans la bobine entourant l'enceinte à vide. Cette bobine nous l'avons vu produit un champ magnétique longitudinal qui augmente la probabilité d'ionisation à l'extérieur de la zone de Crookes.

III-1-3 PORTE-CATHODES

La figure III-2 montre une coupe du dispositif support de cathodes. La réalisation pratique du support doit permettre :

- un changement rapide de cathode
- la polarisation de la cathode par la tension radio-fréquence
- l'évacuation de l'importante quantité de chaleur apportée par le bombardement ionique.

Le dispositif comprend :

- Un disque de cuivre (1) sur lequel est fixée, par une méthode décrite ultérieurement, la cible à pulvériser. Le disque de cuivre est rapporté par six vis sur le disque en inox (2) et le bloc isolant (3). Pour changer rapidement de cathode, il suffit de disposer d'autant de disques de cuivre que de cibles à pulvériser.

- Un blindage (4), porté au potentiel de la masse, qui se trouve placé à une distance d'environ 5mm du disque de cuivre. Il sert à supprimer la pulvérisation parasite des côtés de la cathode en cuivre.

La distance séparant le blindage de la cathode est critique. Afin de supprimer la possibilité d'une décharge entre la face arrière et les côtés du cuivre, elle doit être inférieure à l'épaisseur de la zone sombre de CROOKES et ceci pour toutes les pressions utilisées durant les manipulations.

La limite inférieure de la distance est imposée, d'une part par les pertes haute fréquence à la masse par capacité, d'autre part par la distance minimum de régime d'arc.

- Un cylindre isolant (5) destiné à isoler la cathode, portée au potentiel haute fréquence, du système de refroidissement par eau(6).

- Un câble d'alimentation de la cathode en tension haute fréquence (7). Il réalise la liaison électrique entre le boitier adaptateur d'impédance et la cible.

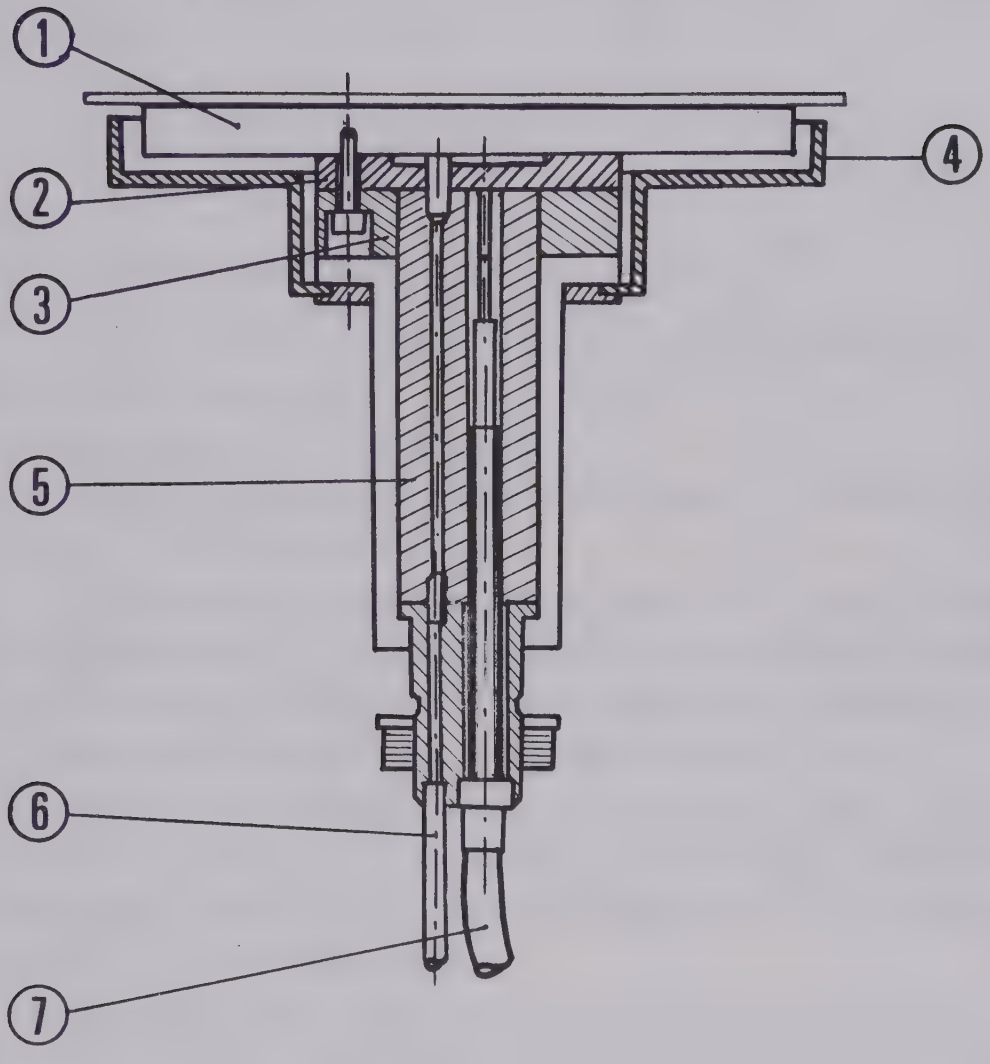


FIGURE III-2

Ce câble constitue l'élément non fiable du système de pulvérisation. Dans le cas où l'adaptation entre le générateur haute fréquence et la décharge est optimale toute l'énergie est transmise par contre s'il existe une légère désadaptation ou si la décharge s'éteint, une partie de l'énergie est réfléchie vers le générateur créant ainsi des ondes stationnaires dans les câbles de liaison.

La puissance moyenne dPm dissipée par hystérisis, diélectrique dans un élément de volume dτ d'un isolant est donnée par la relation [20] :

$$\frac{dPm}{d\tau} = \pi \cdot \varepsilon_o \cdot \varepsilon_R \cdot tg^{\phi} \cdot f \cdot E^2$$

ε_o est la permittivité du vide ($\varepsilon_o = 8{,}84.10^{-12}$)

ε_R est la constante diélectrique de l'isolant (Téflon $\varepsilon_R = 2{,}1$)

ϕ est l'angle de perte ($tg^{\phi} = 3.10^{-4}$)

f est la fréquence ($27{,}12.10^{6}$Hz)

E est la valeur maximum du champ électrique, E est fonction de la puissance haute fréquence.

La puissance perdue dans l'isolant du câble provoque un échauffement de ce dernier et dans notre cas pour un fonctionnement à la puissance maximale et une adaptation correcte la température du câble de liaison peut atteindre 200°C.

Par suite dPm étant proportionnel au carré du champ électrique donc au carré de la tension haute fréquence (pour une épaisseur d'isolant donnée), une légère désadaptation peut provoquer le claquage de l'isolant du câble.

La destruction se produisant toujours à l'intérieur du cylindre isolant (5) nous avons remédié à ce défaut en améliorant le refroidissement de l'isolant du câble à cet endroit. Pour cela nous avons réalisé un tube de cuivre que nous avons glissé sur l'isolant puis soudé sur la partie métallique du câble qui est refroidie par la circulation d'eau (6).

Depuis cette modification, aucun claquage de câble n'est survenu même pour des écarts d'adaptation d'impédance importants.

- Un système de refroidissement par circulation d'eau (6). Le dispositif est conçu de manière que l'eau soit en contact direct avec la cathode en cuivre (1) ce qui assure un refroidissement énergique de la cible.

III-1-4 REALISATION PRATIQUE DES CATHODES-CIBLES

Par suite de la grande quantité de chaleur apportée par le bombardement ionique, le montage de la cible sur le disque de cuivre a posé de sérieux problèmes technologiques.

- Problèmes posés par la pureté de la cible

Pour obtenir des dépôts de haute pureté il est nécessaire de pulvériser des cibles dont le taux d'impuretés soit très faible. En ce qui concerne les cibles métalliques, les fabricants mettent des matériaux de haute pureté (5/9) à la disposition des utilisateurs. Les matériaux diélectriques par contre sont de réalisation plus difficile, les cibles utilisées sont en général sous la forme de céramiques préssées à chaud, ceci se traduit souvent par des cibles poreuses et fragiles.

Dans tous les cas le coût d'une cible de matériau ultra pur est très élevé et est fonction du poids de matière utilisée. Pour notre montage, le diamètre de la cible (130 mm) étant imposé, le prix de revient sera acceptable si l'on peut fixer sur la cathode une cible de faible épaisseur.

- Problèmes posés par la fixation de la cible

Il est reconnu que la cible doit être refroidie pendant la pulvérisation. Ceci pour plusieurs raisons :

- empêcher l'évaporation, voir même la fusion de la cible,
- réduire les contraintes thermiques qui peuvent voiler la cible ou bien la casser (céramique),

- empêcher la variation de la composition des alliages et autres composés par diffusion ou sublimation.

La fixation de la cible sur la cathode doit donc répondre aux exigences suivantes :

- excellent contact thermique
- bonne tenue aux contraintes du lien
- dégazage du lien faible.

Examinons les différentes méthodes de fixation utilisées actuellement [21].

1°) - Fixation mécanique

Cette solution est utilisée pour les cibles métalliques dont l'épaisseur est suffisante pour permettre le taraudage (figure III-3).

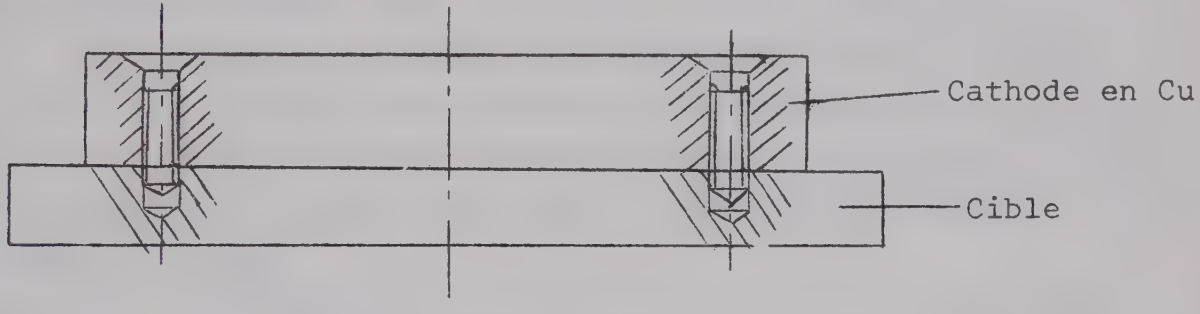


Figure III-3

Si les surfaces en contact sont parfaitement usinées, le refroidissement de la cible est excellent. Une seule cathode permet de pulvériser plusieurs cibles et ce dispositif dégaze peu sous vide. Par contre, le prix des cibles est très élevé et cette technique ne permet pas de pulvériser les cibles fragiles (céramiques).

2°) - Ciment conducteur époxy

Cette méthode consiste à enduire la cible et la cathode d'une fine couche d'un ciment conducteur et de coller les deux pièces ensemble. Après un traitement thermique à basse température

(150°C),ou haute température (700°C), le liant organique s'évapore et il reste un joint métallique entre les deux pièces.

- Avantages du procédé : rapidité et simplicité

- Inconvénients : - Si une petite région se trouve avec une poche de gaz entre le support et la cible, la cible se casse et se décolle.

- La tension de vapeur du ciment époxy est en général de l'ordre de 10^{-7} Torr à 100°C et croît très rapidement au dessus.

- Conductivité thermique faible.

3°) - Métallisation + soudure à faible température

Cette méthode consiste à métalliser la cathode et la cible, en utilisant les techniques propres à chaque matériau , et à souder les deux pièces ensemble dans une étuve à basse température (150°C).

Les soudures utilisées sont à base d'indium et d'étain. Les principales difficultés rencontrées sont dans le choix de la métallisation. Une technique relativement universelle consiste à déposer par pulvérisation R.F du nickel sur la cible puis d'évaporer ensuite une couche d'indium.

Avantages : Cette méthode présente le plus d'avantages

- faible tension de vapeur de la soudure,
- très bonne conductivité thermique,
- faible résistivité électrique.

Inconvénients :

- Procédé lent et spécifique.

4°) - Méthode utilisée au laboratoire

Pour des raisons de prix de revient les cibles utilisées au laboratoire sont nécessairement des disques de faible épaisseur

ce qui exclut la fixation mécanique. Des essais antérieurs à cette étude, effectués au laboratoire, ont montré que la soudure à l'indium d'une cible en tantale sur la cathode en cuivre ne résistait pas à la pulvérisation.

L'examen de la cible après rupture de l'assemblage montre qu'il subsiste des poches de gaz entre la cible et la cathode et que ce sont ces poches qui détruisent la soudure plutôt que l'élévation de température due au bombardement ionique.

Afin d'éliminer ce phénomène nous avons alors essayé une technique de fixation de la cible par collage.

L'un des adhésifs LOCTITE de la série 300 pouvait convenir à notre problème puisque sa résistance à la traction est encore de 55 daN/cm^2 à la température 200°C (125 daN/cm^2 à 22°C).

Les caractéristiques essentielles de cet adhérif sont :

- un seul composant,
- durcissement rapide : 1 heure à 65°C,
- épaisseur du film d'adhésif : les meilleurs résultats sont obtenus lorsque l'épaisseur est comprise entre 0,025 et 0,075mm.
- température limite 200°C,
- très bonne durée de conservation (1 an minimum),
- même après durcissement à chaud, du fait des propriétés anaérobiques du produit, l'excès d'adhésif peut être éliminé à l'aide de solvants tels que l'acétone,
- conductibilité thermique 4 à 5.10^{-4} cal/sec/Cm^2/°C/Cm

Cette valeur faible (0,927 pour le cuivre) se trouve compensée par la faible épaisseur du joint. La résistance thermique d'un joint de colle de 0,02mm d'épaisseur est équivalente à celle d'un disque de cuivre de 3cm d'épaisseur. Dans notre cas pour une cathode en cuivre de 15mm d'épaisseur, la résistance thermique du collage sera sensiblement le double de celle de la cathode ce qui nous assure un refroidissement énergique de la cible.

- Le comportement sous vide de la colle n'étant pas précisé par la constructeur nous avons effectué un collage que nous avons placé à l'intérieur d'un four sous vide. Le vide limite après dégazage de l'enceinte pendant 2 heures à 100°C est de $6{,}8.10^{-9}$ Torr. La figure III-4 montre la variation de pression totale en fonction de la température à l'intérieur du four.

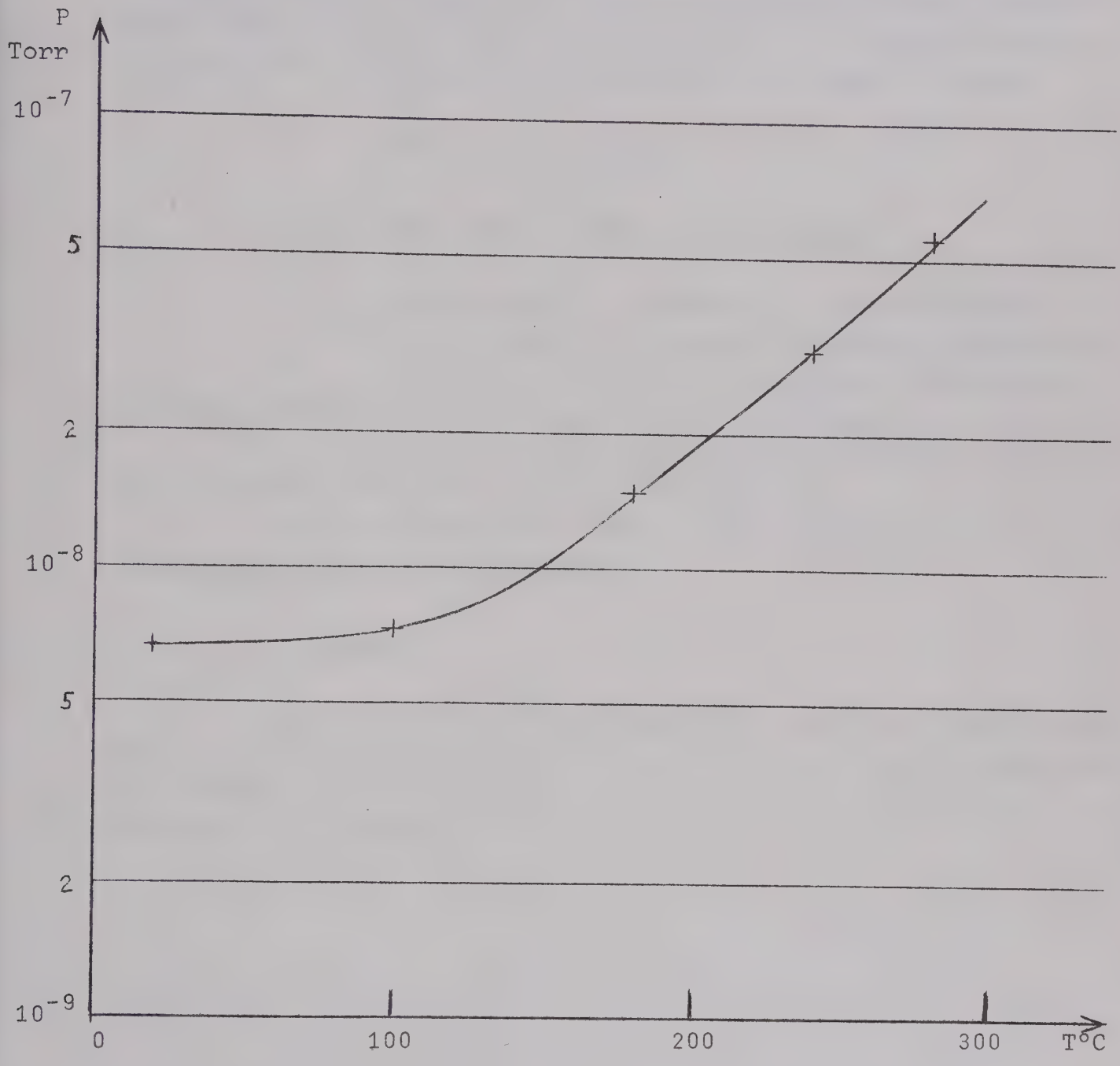


FIGURE III-4

La variation de pression entre la température ambiante et 100°C est de l'ordre de $0,6.10^{-9}$ Torr ce qui montre la supérioté du collage par rapport au ciment conducteur époxy (tension de vapeur 10^{-7} à 100°C). Une étude ultérieure de diagrammes de gaz résiduels dans l'enceinte nous a montré que pour une cible collée et refroidie par circulation d'eau on peut atteindre une pression totale dans l'enceinte meilleure que 5.10^{-10} Torr dans le cas où l'on utilise les pièges à azote liquide et la pompe à titane.

- Technique du collage

1) Nettoyage de la cathode et de la cible

- Dégraissage de la cathode au trichloréthylène,
- dépollissage de la surface au papier de verre 360,
- dégraissage dans de l'eau permutée contenant un détergent (DDN 150) puis rinçage soigné et sêchage,
- pour les cibles métalliques, uniquement nettoyage de la surface à coller à l'alcool isopropylique,
- pulvérisation sur les deux surfaces à coller de l'agent LOCTITE "I.S QUICK CLEAN".

2) Collage

Nous avons réalisé au laboratoire une presse spécialement adaptée au collage des cibles. Cette presse nous permet d'appliquer une pression de l'ordre de 0,5 Kg/cm^2, valeur recommandée par le fabricant de l'adhésif.

La figure III - 5 montre une coupe de l'ensemble

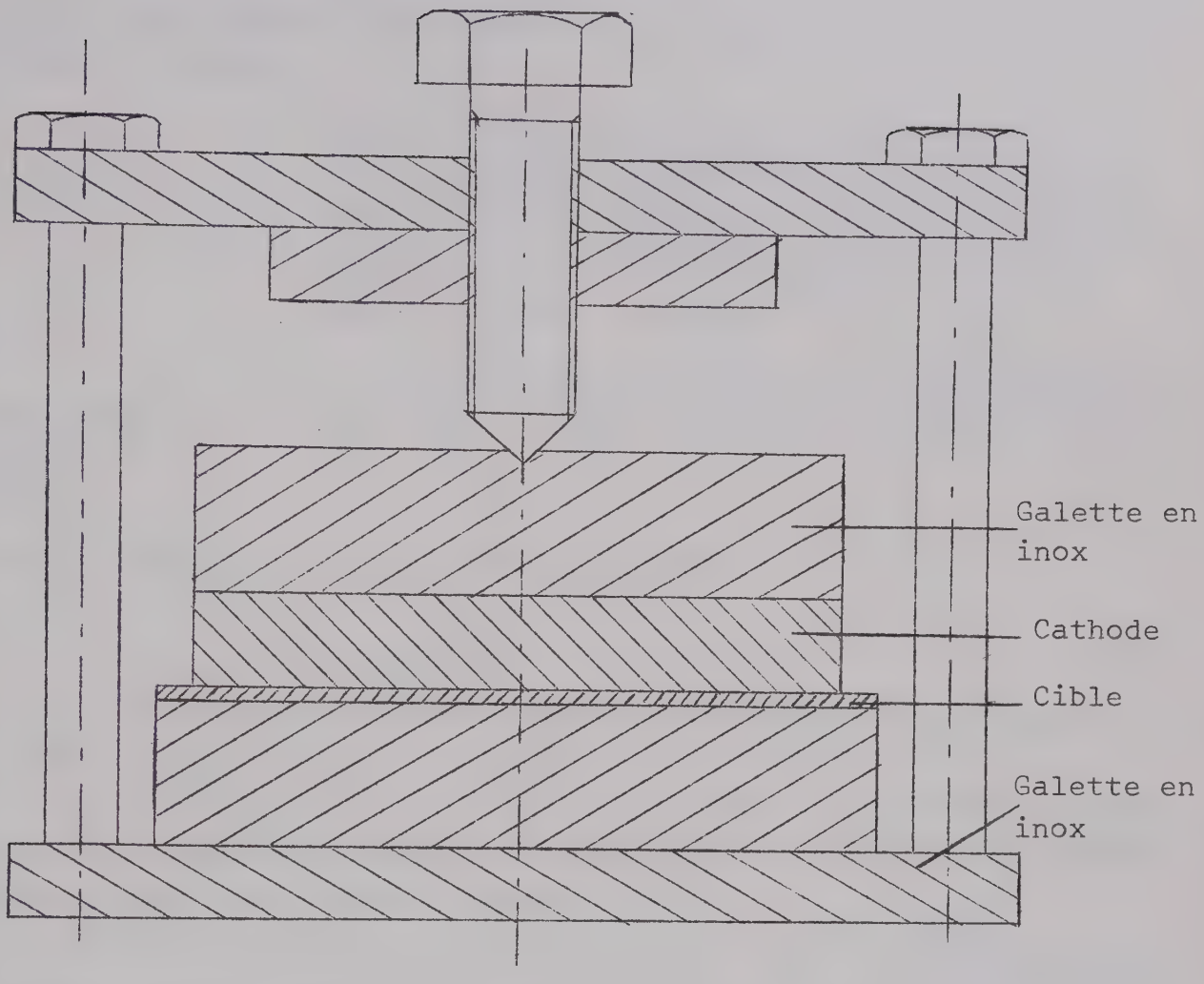
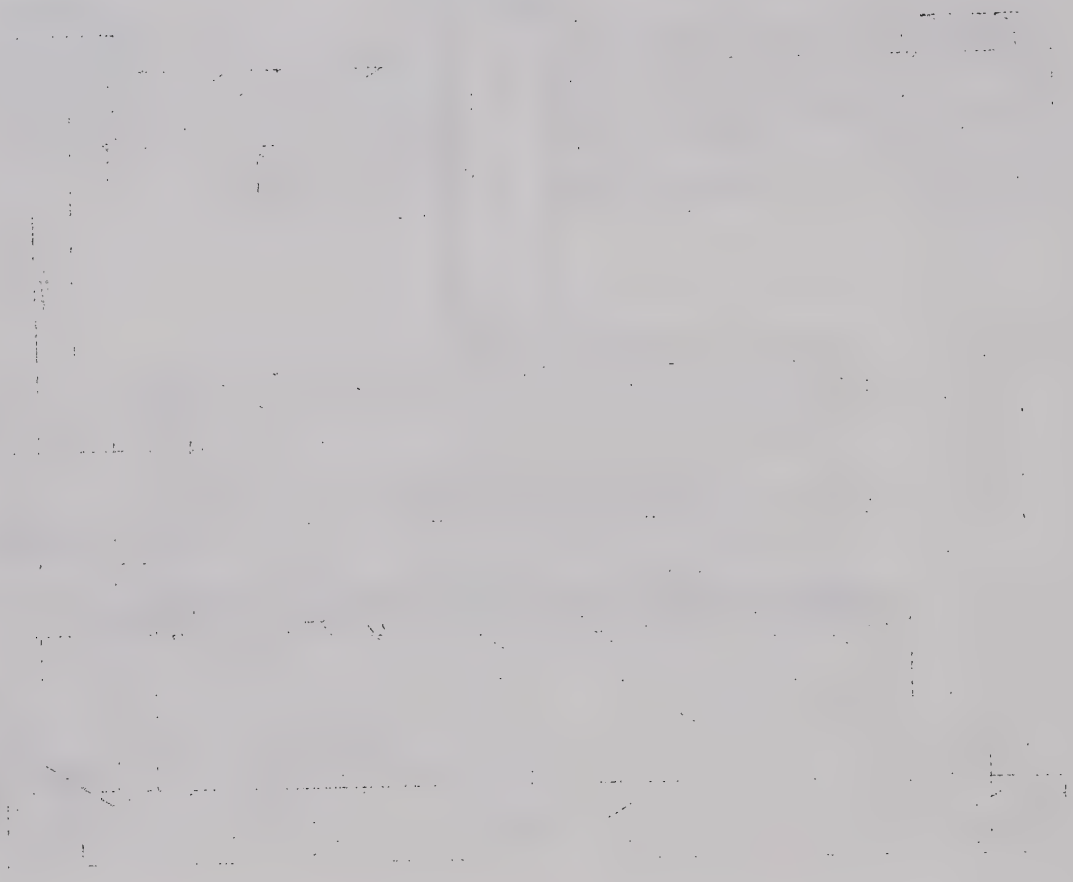


Figure III-5

La technique de collage utilisée est la suivante :

- dépôt d'une noix d'adhésif au centre de la cible,
- l'ensemble cible cathode est mis sous presse,
- serrage progressif jusqu'à ce que l'adhésif apparaisse sur tout le diamètre extérieur de la cathode. Ceci nous assure que tout le gaz entre cible et cathode est chassé
- serrage au couple nominal (entre 0,5 et 1mKg)
- l'ensemble est placé sur une plaque chauffante et portée à 50°C pendant 2 à 3 heures.



- Résultats obtenus

Cette technique nous a permis de réaliser plusieurs cibles aisément interchangeables (puisque chaque cible est collée sur une cathode en cuivre)

- 1 cible en tantale ϕ130 mm - épaisseur 1,5
- 1 cible en cuivre ϕ130 mm - épaisseur 0,3 mm
- 1 cible en nickel ϕ130 mm - épaisseur 0,5 mm
- 1 cible en alumine frittée : ϕ130 e = 10 mm
- 1 cible en quartz ϕ130 mm - e = 1,5 mm

Toutes ces cibles ont été soumises à la pulvérisation R.F pendant 15 à 20 minutes. Nous n'avons observé ni rupture, ni décollement.

III-1-5 PLATEAU D'ANODE ET PORTE-SUBSTRAT

1) - Plateau d'anode

Le plateau d'anode constitue la seconde électrode du dispositif de pulvérisation diode R.F.

Dans la plupart des montages actuels, le substrat devant recevoir le dépôt est plaqué sur le plateau d'anode. Cette méthode présente les inconvénients suivants :

- l'uniformité du dépôt est liée à l'uniformité du champ électrique existant entre les deux électrodes. Ceci exclut la possibilité de placer le substrat à l'intérieur d'un four pour un recuit éventuel de la couche mince.

- le substrat est plongé dans le milieu ionisé et il est soumis à un bombardement électronique intense d'où une très forte élévation de température du dépôt qui favorise l'adsorption de gaz par la couche mince.

- le plateau d'anode étant généralement refroidi par une circulation d'eau, on peut difficilement utiliser les procédés de pulvérisation polarisée (Bias Sputtering) lorsque le substrat est conducteur.

Nous avons résolu ces problèmes en considérant le fait que 90% des atomes pulvérisés sont neutres au moment de leur extraction de la cible et si on suppose que le libre parcours moyen de ces atomes est supérieur à la distance cible substrat, ils peuvent se condenser sur un substrat situé à l'extérieur du plateau d'anode.

On peut obtenir ce résultat en découpant, au centre du plateau d'anode, une fente dont les dimensions sont faibles devant celles du plateau pour ne pas perturber le champ électrique.

Nous avons réalisé le plateau d'anode représenté figure III-6.

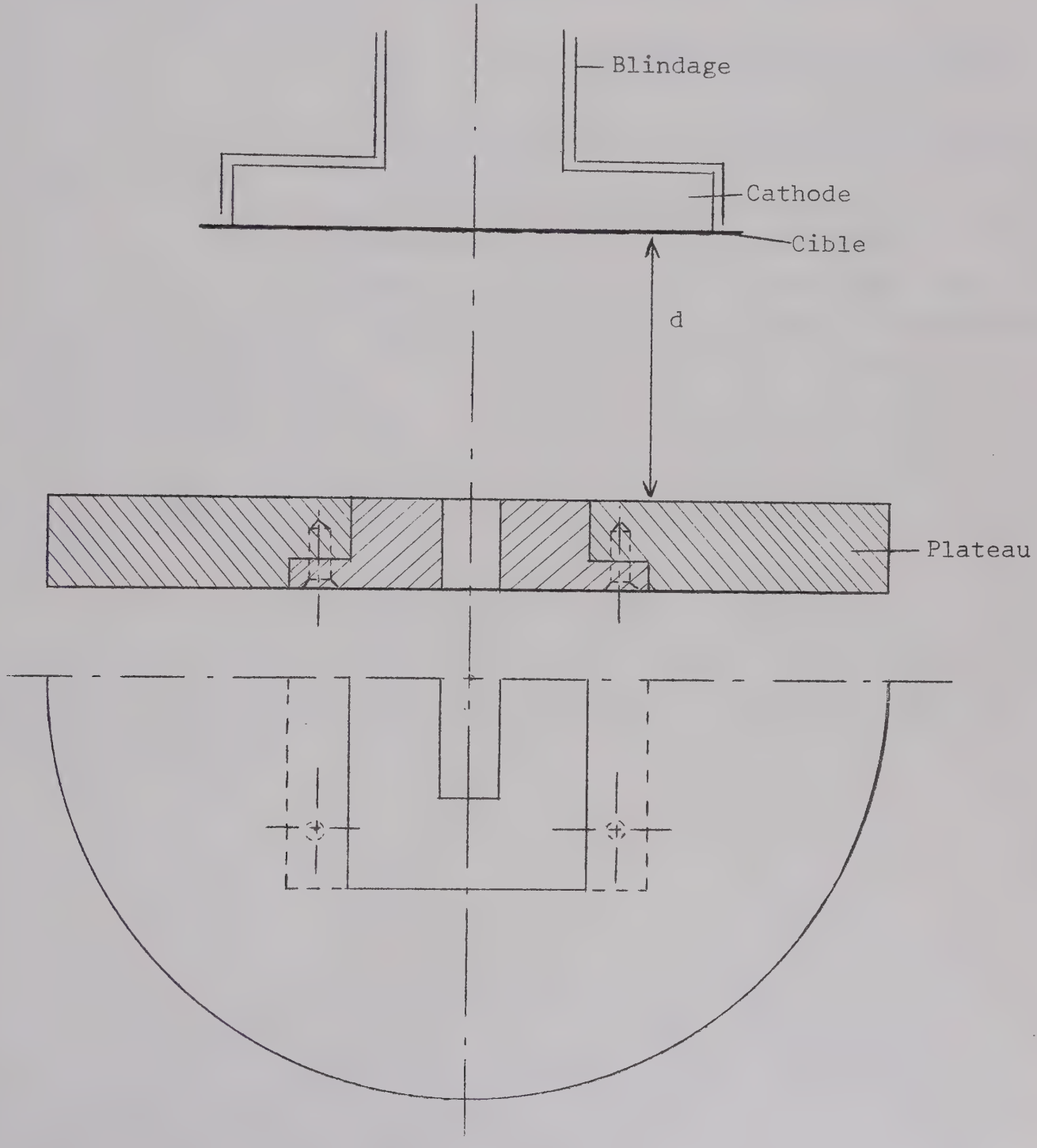


FIGURE III-6

Il se compose du plateau proprement dit et d'une pièce complémentaire dans laquelle est pratiquée la fente dont la dimension est fonction du dépôt à obtenir.

2) - Porte substrat

Le substrat pouvant être placé sous le plateau d'anode, nous avons réalisé un support de substrat et un four identiques à ceux utilisés dans un groupe de vaporisation sous vide du laboratoire Le schéma du dispositif complet est représenté figure III-7.

On distingue

- Le plateau fixé au dispositif de refroidissement en cuivre
- un réflecteur en inox, percé d'une fente pour permettre le dépôt et fixé au plateau
- un masque en inox permettant d'obtenir sur le substrat la forme et les dimensions de couche mince souhaitée
- un élément chauffant en cuivre dans lequel est noyé une résistance en tantale. Il permet d'atteindre une température maximum à l'intérieur du four de l'ordre de 600°C. L'élément est fixé au plateau d'anode par deux colonnes isolantes et est facilement démontable. Une sonde de platine de résistance 100 ohms à 0°C peut être introduite dans le bloc de cuivre de l'élément chauffant à travers le réflecteur. Cette sonde permet de mesurer la température à l'intérieur du four en régime d'équilibre.
- un masque tournant commandé de l'extérieur de l'enceinte à vide permet d'obstruer la fente du plateau. On peut ainsi dégazer le substrat avant le dépôt sans polluer la cible et inversement nettoyer la surface de la cible par une prépulvérisation à faible puissance.

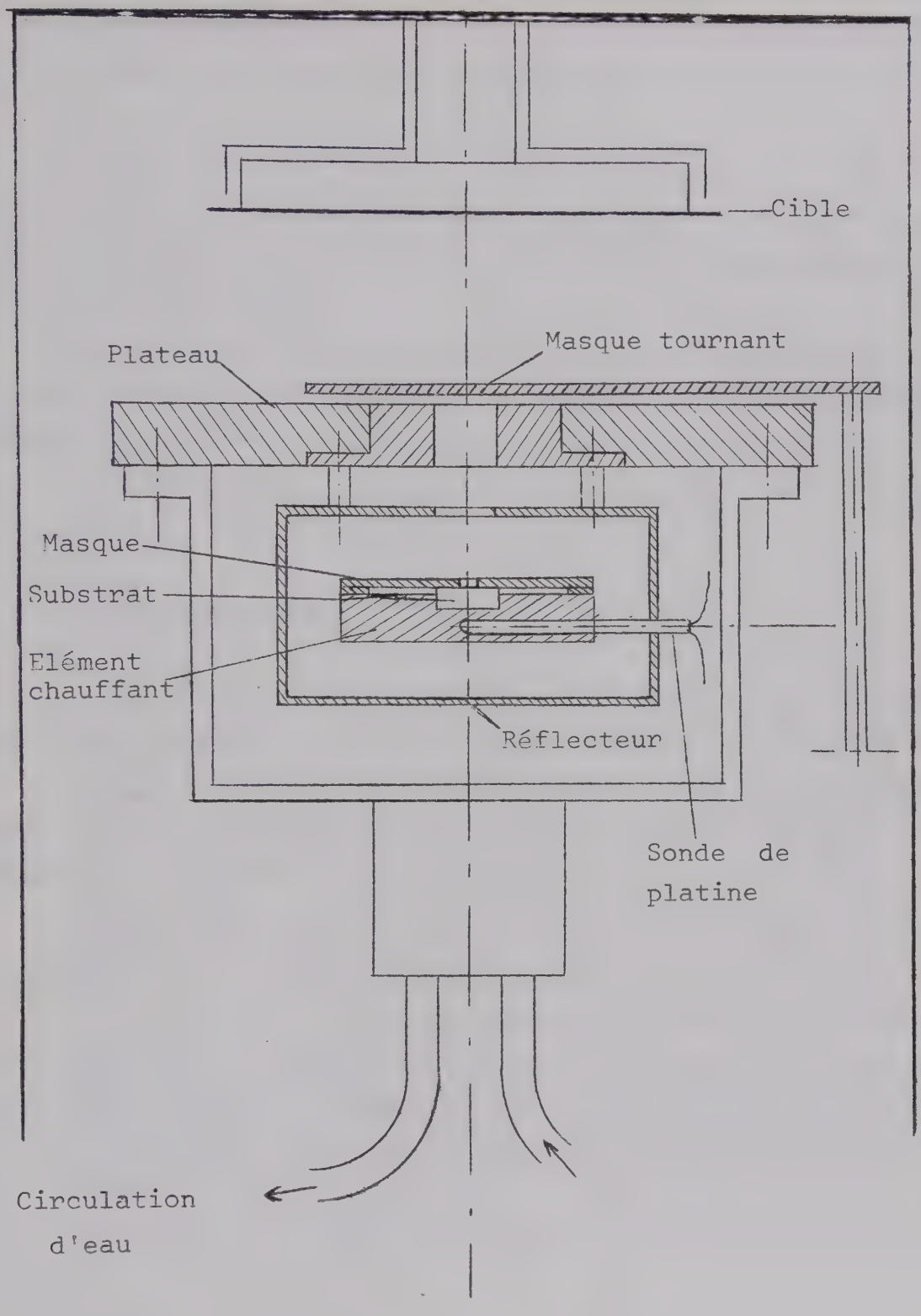
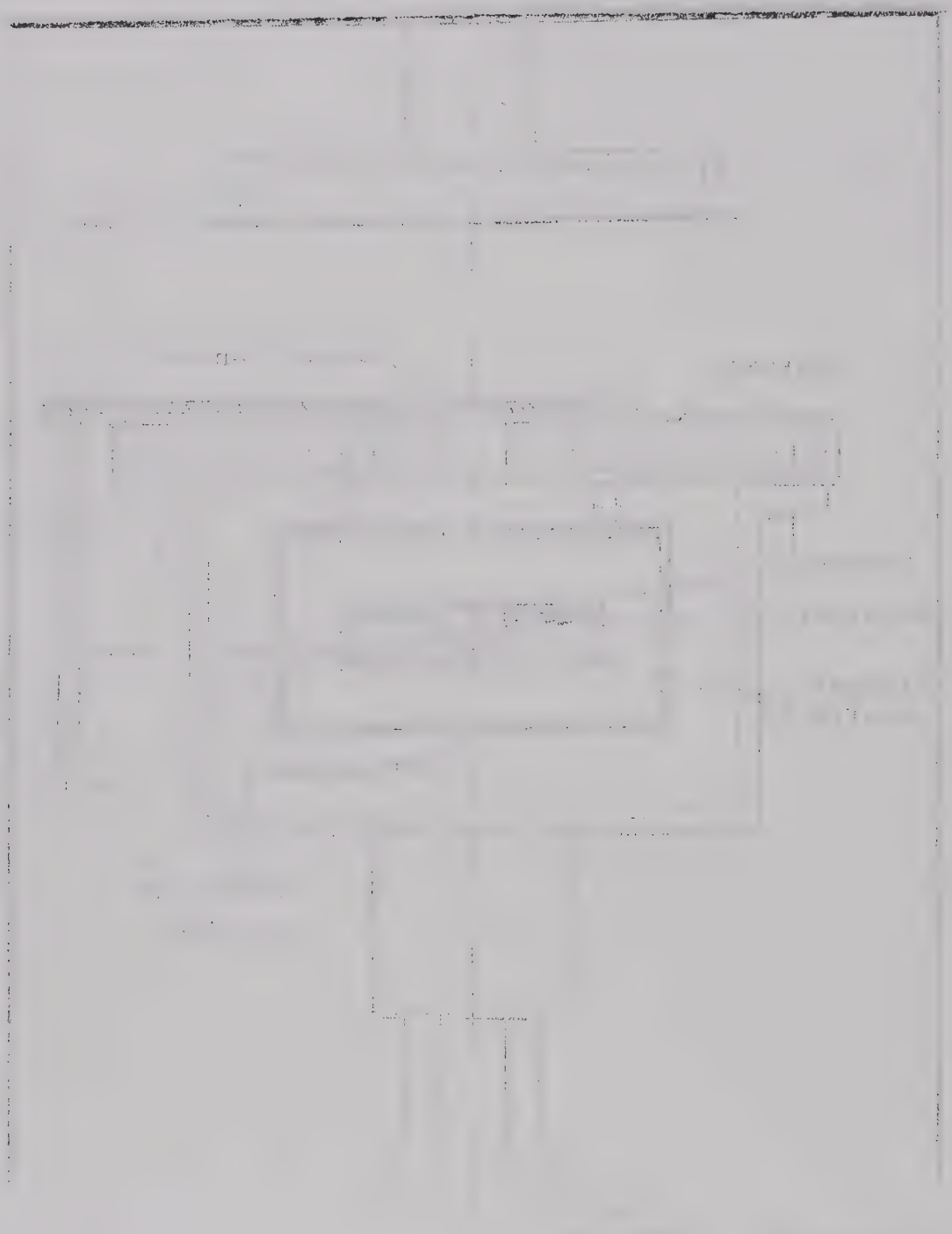

Cible
Plateau
Masque tournant
Masque
Substrat
Elément
chauffant
Réflecteur
Sonde de
platine
Circulation
d'eau

Figure III-7



3) - Distance cible-substrat

La distance d entre plateaux recommandée pour le dispositif de pulvérisation est de 35 mm. La configuration géométrique du porte substrat nous donne une distance cible substrat d' tel que :

$$d' = d + 25 \text{ mm}$$

d pouvant être ajusté entre 30 et 50 mm la distance cible substrat d' variera entre 55 et 75 mm, la valeur 60 mm correspondant à un fonctionnement normal.

Pour une pression à l'intérieur de l'enceinte de 10^{-3} Torr le libre parcours moyen est de l'ordre de 50 mm. Nous choisirons en général une pression de travail inférieure à cette valeur (8.10^{-4}Torr)

La figure III-8 montre une photographie de l'ensemble du porte substrat.

III-1-6 CHAMP MAGNETIQUE

Le module de pulvérisation comprend une bobine permettant d'appliquer un champ magnétique longitudinal entre les deux plateaux.

Une alimentation variable (de 0 à 15 A dans la bobine) permet de créer une induction magnétique au centre de la bobine pouvant varier entre 0 et 3.10^{-2} Tesla.

Nous avons pu mettre en évidence l'influence du champ magnétique sur la décharge luminescente

- d'une part, la décharge luminescente se maintient d'elle même à une pression plus basse en présence du champ magnétique. Ainsi pour des paramètres identiques, la décharge s'éteint à 8.10^{-4} Torr sans champ magnétique et à 2.10^{-4} Torr avec champ de 10^{-2} Tesla.

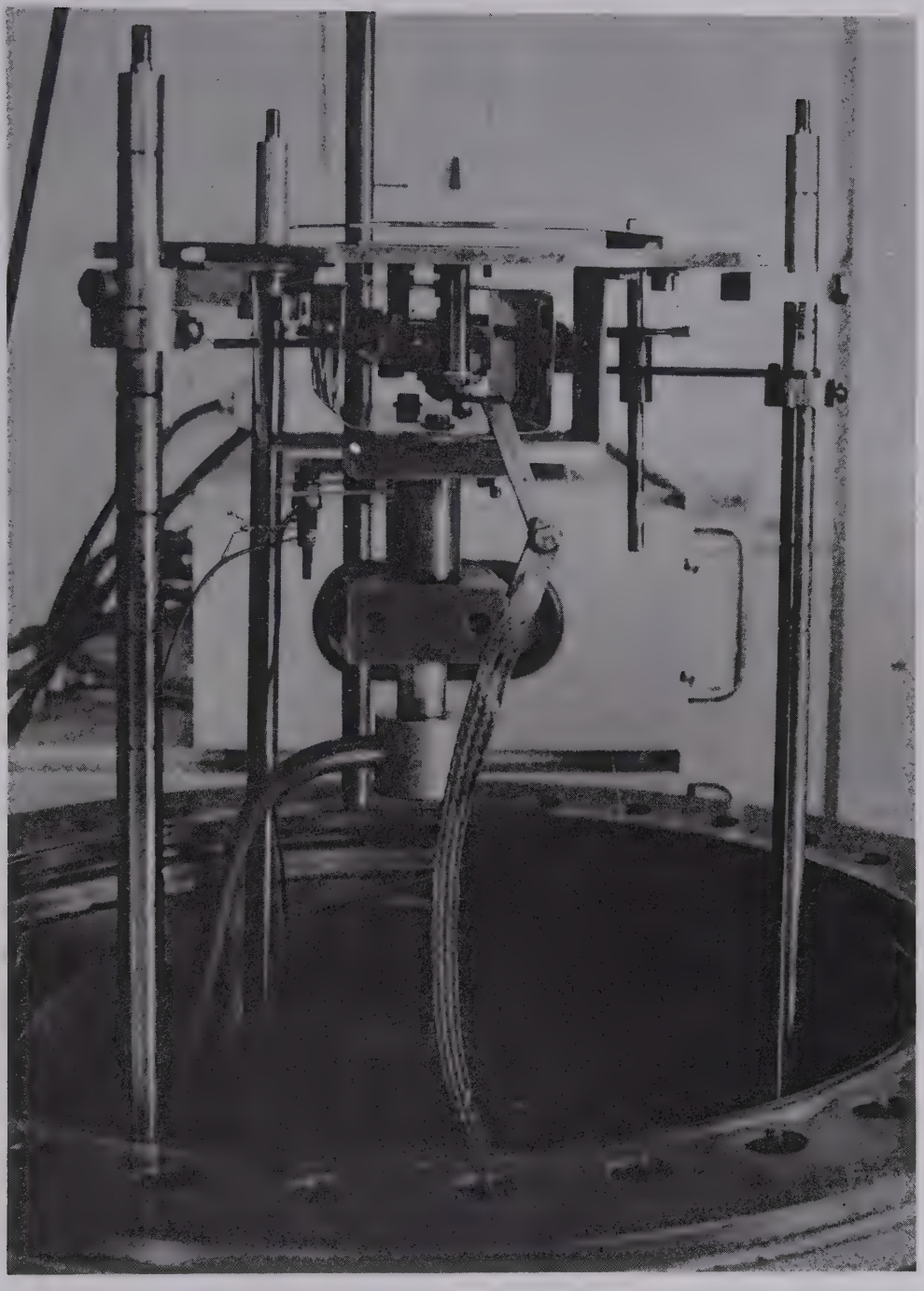


FIGURE III-8

- d'autre part, le champ magnétique concentre la décharge entre les deux plateaux éliminant ainsi les décharges parasites entre la cible et les parois de l'enceinte.

Nous avons mis cet effet en évidence en adaptant le module de pulvérisation sur un autre groupe du laboratoire muni d'une enceinte en verre. Sans champ magnétique la photo III-9-a montre que la décharge se propage à l'intérieur de toute l'enceinte.

En présence de champ magnétique, la décharge se localise entre les deux plateaux et le diamètre de la zone lumineuse est fonction de l'intensité du champ. Pour une intensité de 13 ampères dans la bobine ce qui correspond à une induction de 10^{-2} Tesla, le diamètre de la zone de décharge est sensiblement égale au diamètre de la cible (photo III-9-b).

Nous maintiendrons constante et égale à, cette valeur de 10^{-2} Tesla l'induction magnétique pour les pulvérisations de matériaux.

Nous avons reproduit à la figure III-10 une photographie de l'ensemble de l'appareillage de pulvérisation.

FIGURE III-9-A

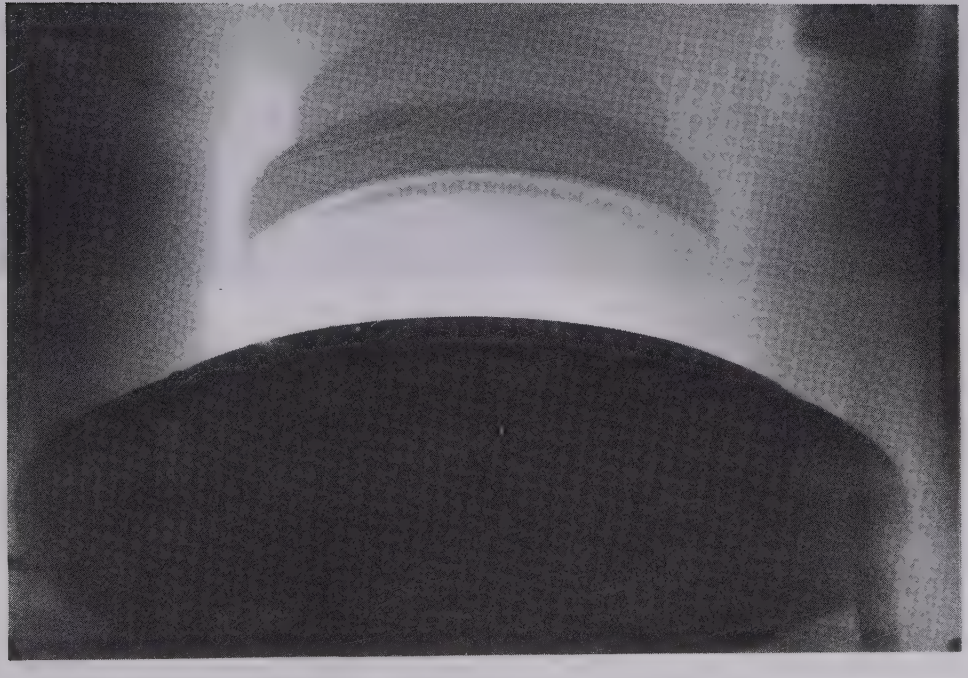


FIGURE III-9-B

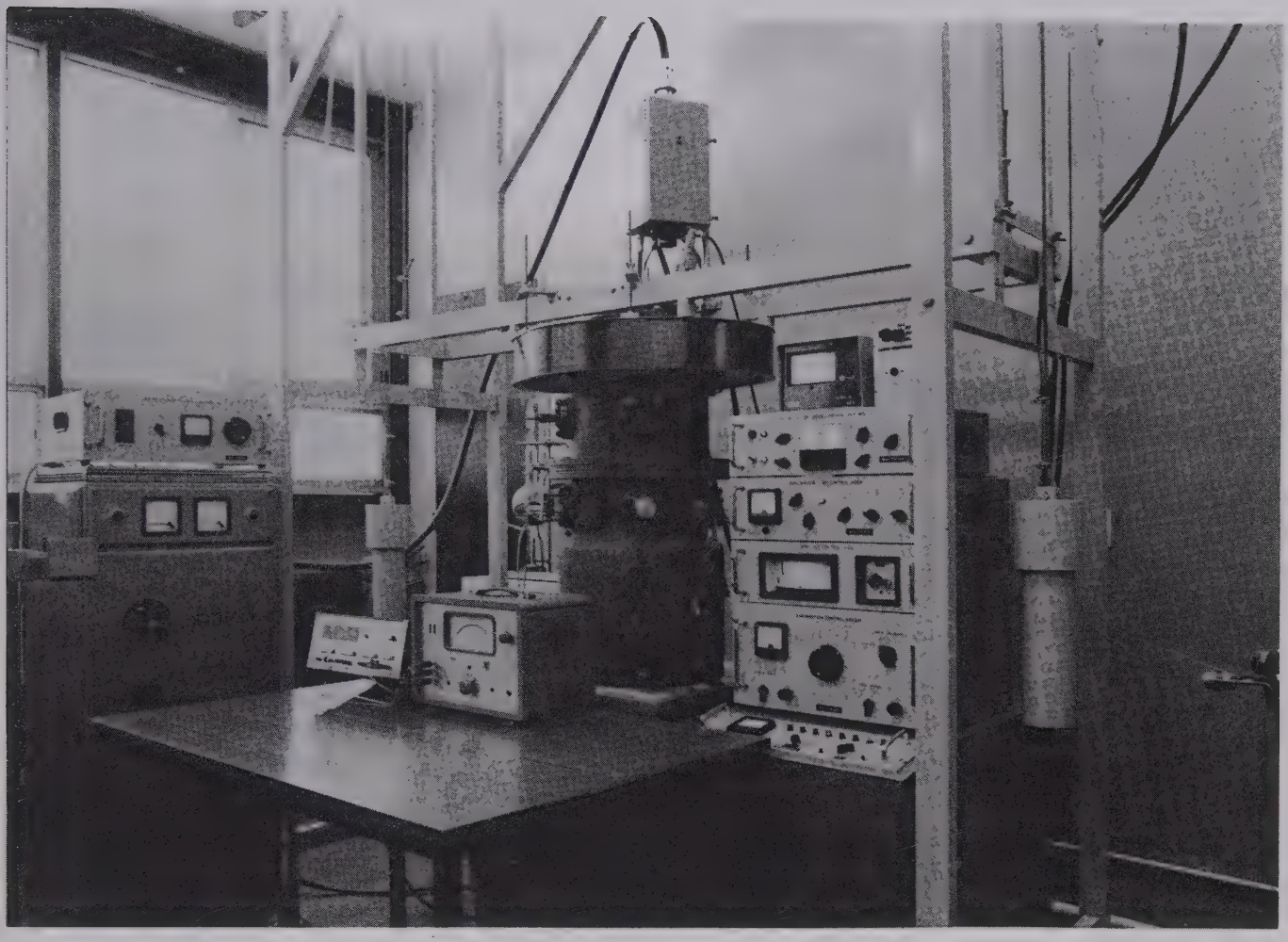


FIGURE III-10

III - 2 MISE EN OEUVRE DU DISPOSITIF DE PULVERISATION

III-2-1 SUBSTRAT

Nous avons utilisé des substrats en verre VYCOR. de 90x14x2 mm. Ces supports sont encastrés à l'intérieur du bloc chauffant en cuivre et recouverts d'un cache découpé aux formes et dimensions de la couche mince à obtenir. Si l'on veut pouvoir contrôler la résistance du dépôt pendant et après la pulvérisation on dépose préalablement par évaporation thermique des contacts en cuivre d'épaisseur suffisante sur les extrémités des supports de verre.

Le nettoyage des substrats a été mené de la manière suivante :

Les lames sont tout d'abord dégraissées à chaud dans de l'eau permutée additionnée de détergent (D.D.N) puis elles sont rincées abondamment dans de l'eau permutée.

Après deux rinçages successifs dans de l'eau distillée, les supports sont sêchés à chaud dans une petite enceinte à vide (trompe à eau).

III-2-2 PROCESSUS DE DEGAZAGE DU DISPOSITIF : DIAGRAMME DE GAZ RESIDUELS

La pureté des couches déposées est liée à la contamination de la cathode et du gaz de décharge. La contamination de la cathode et celle du gaz de décharge par le gaz résiduel après pompage pose le problème du dégazage de l'enceinte où a lieu la pulvérisation. La qualité du vide dans la chambre de travail joue un role fondamental sur les caractéristiques des couches. Ultra-vide ne veut pas nécessairement dire vide propre. Considérons par exemple un

groupe contenant uniquement des hydrocarbures dont le vide limite est 10^{-8} Torr. Une monocouche complète de carbone peut être déposée en 200 s par CH_4 et en 100 s par C_3H_8. Ceci justifie la nécessité de bien connaitre la composition des gaz résiduels dans l'enceinte de pulvérisation.

- Dégazage de l'enceinte

Afin de vérifier l'efficacité du processus de dégazage et la qualité du vide nous avons adapté sur l'enceinte un spectromètre de masse à séparation magnétique GA4 associé à un analyseur de gaz réalisé au laboratoire de M. SARRAU et mis à notre disposition pour ces essais.

Les figures III-11-a et b montrent le diagramme de gaz résiduels obtenu après un temps de pompage de 3 heures et une pression totale dans l'enceinte de 4.10^{-7} Torr. Durant ces essais, le dispositif complet de pulvérisation était installé (cible en cuivre) et la vanne d'introduction d'argon était fermée.

Pour la lecture de ce diagramme il faut noter que la sortie de l'analyseur étant logarithmique, la hauteur des pics est mesurée par 4 décades 0,1-1, 1-10, 10-100 et 100-1000.

Le dépouillement du diagramme nous a permis de le graduer directement en pressions partielles équivalentes d'azote.

L'importance des pics de la vapeur d'eau (57 %) et des hydrocarbures de la pompe mécanique et de la pompe à diffusion montre que le vide obtenu bien qu'étant meilleur que pour la plupart des installations de pulvérisation cathodique est impropre à la réalisation de couches minces de haute pureté.

La figure III-12 montre le diagramme obtenu après étuvage de l'enceinte à 150°C pendant 4 heures. Durant cette période, la cathode et l'embase de la cloche sont maintenues à 90°C par une

circulation d'eau dont la température est régulée. Le spectre obtenu est très simplifié par rapport au précédent puisqu'il ne subsiste plus que trois groupes de pics, centrés autour de la vapeur d'eau (18) de l'azote (28) et du dioxyde de carbone (44).

L'étuvage agit essentiellement sur la vapeur d'eau qui ne constitue plus que 12 % de l'ensemble des gaz résiduels.

Les hydrocarbures de la pompe mécanique ont été plus ou moins absorbés. Par contre les hydrocarbures lourds (au delà de 50) subsistent et représentent 2,4 % alors qu'il représentaient 2 % sur le premier spectre.

La figure III-13 donne le diagramme obtenu lorsque le piège Meissner et le piège à azote liquide sont refroidis et que la pompe à titane est en fonctionnement.

La majeure partie des gaz résiduels est constituée par les gaz de l'air (O_2, CO_2, N_2, H_2O), le pic le plus important étant celui de l'hydrogène (18 %).

Il subsiste entre 37 et 43 quelques traces d'hydrocarbures en pression partielle équivalente d'azote inférieure à 3.10^{-12} Torr. Les hydrocarbures lourds ne sont plus détectables dans les conditions de mesure, leur pression partielle étant inférieure à 2.10^{-12} Torr.

On peut donc considérer qu'avant la pulvérisation, le vide obtenu à l'intérieur de l'enceinte est un vide propre.

Ultérieurement à ces mesures de spectres de masses, pour éviter la rétrodiffusion d'huile de la pompe mécanique pendant l'amorçage des pompes à diffusion, nous avons introduit durant cette période de l'argon dans l'enceinte sous une pression de 10^{-1} à 10^{-2} Torr. La vanne à clapet entre les pompes à diffusion et l'enceinte étant fermée, il existe un important gradient de pression entre l'enceinte et la pompe mécanique ce qui provoque un flux in-

tense d'argon au niveau de la vanne empêchant ainsi toute remontée d'hydrocarbures de la pompe vers l'enceinte.

La figure III-14 montre les courbes de pompage du groupé (sans étuvage et sans azote) sans argon et avec argon. L'amorçage des pompes à diffusion sous argon nous permet d'atteindre 2.10^{-7} Torr avec un gain de temps de pompage d'environ 1H30.

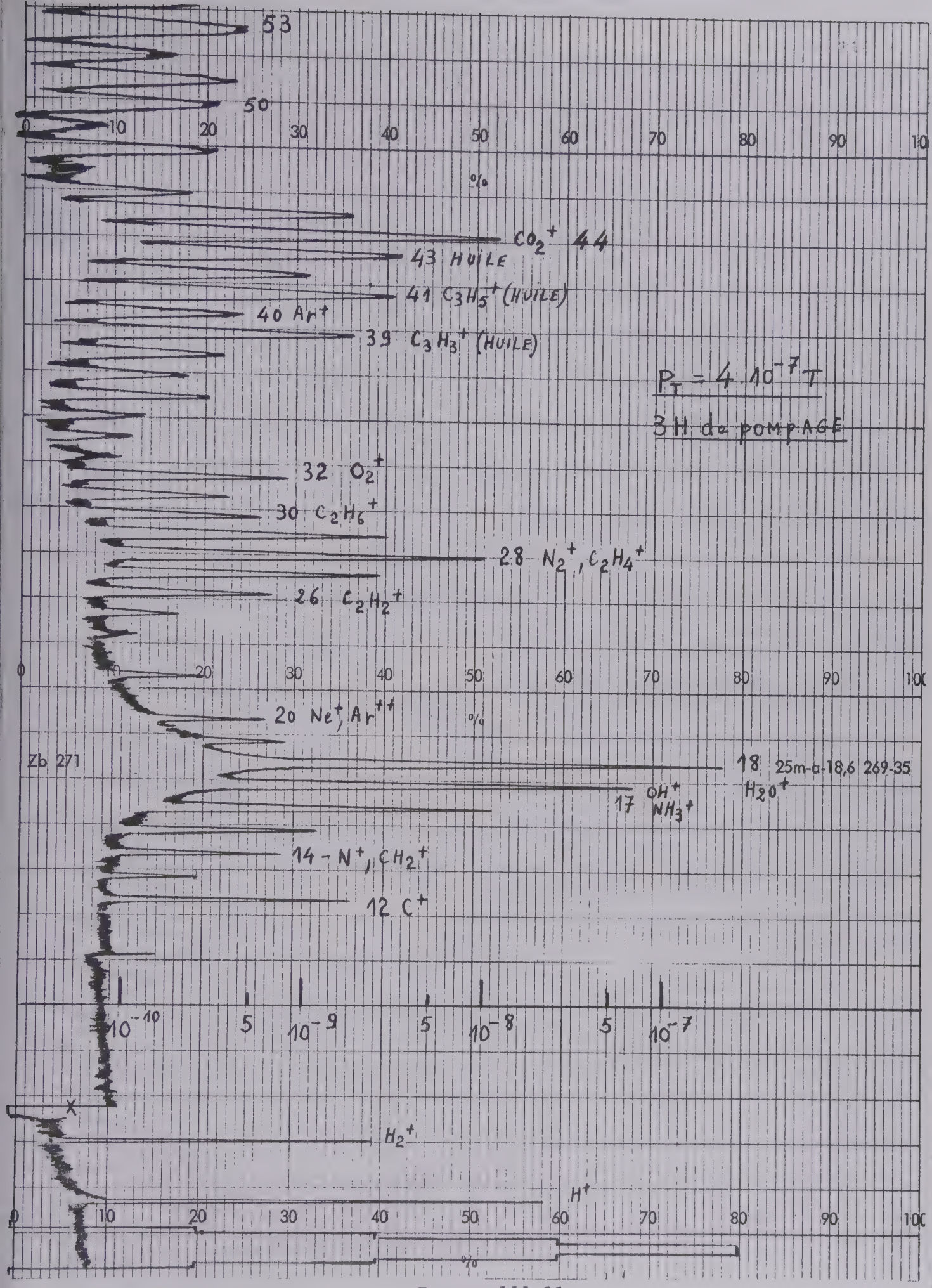


FIGURE III-11-A

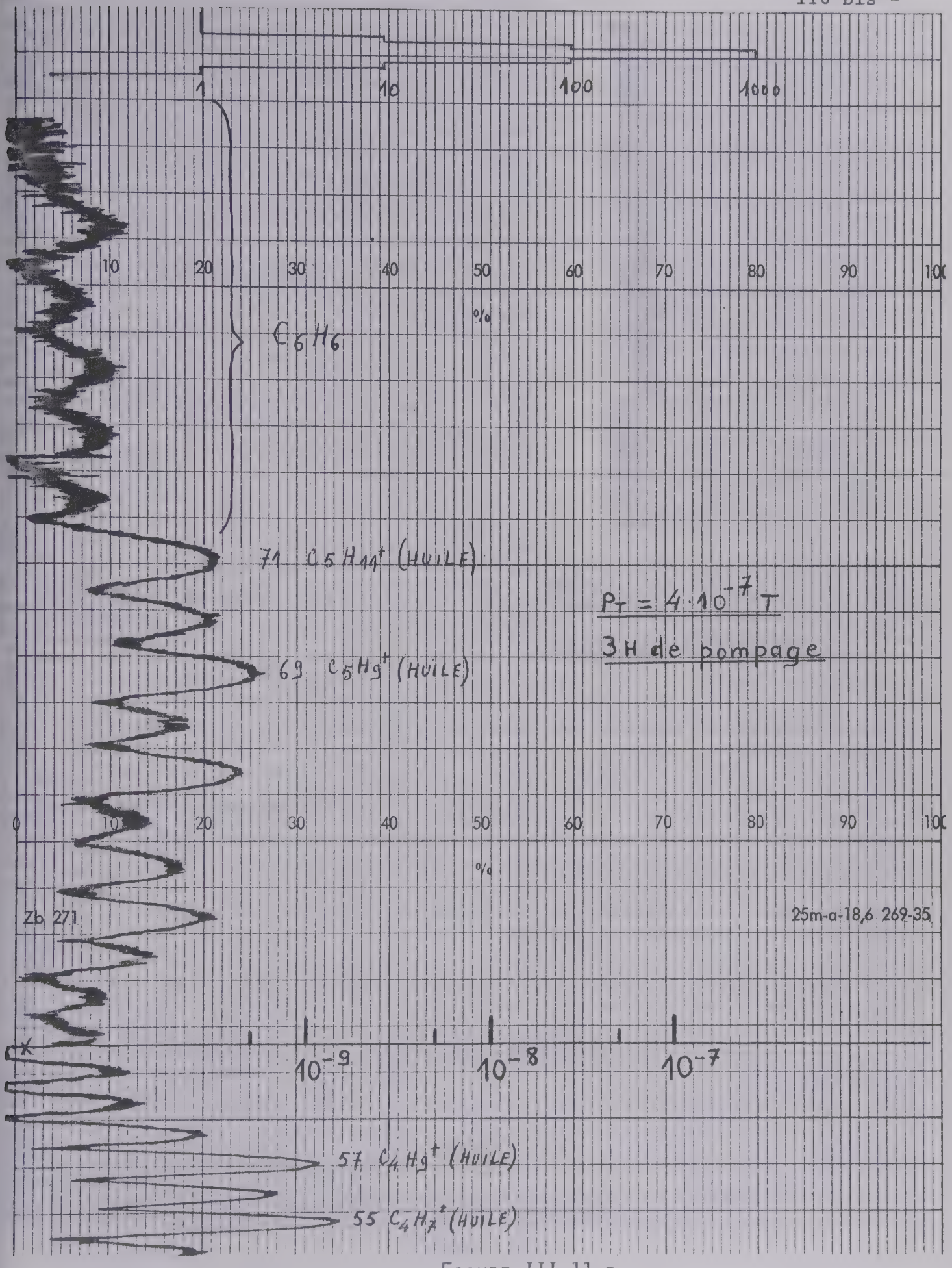


FIGURE III-11-B

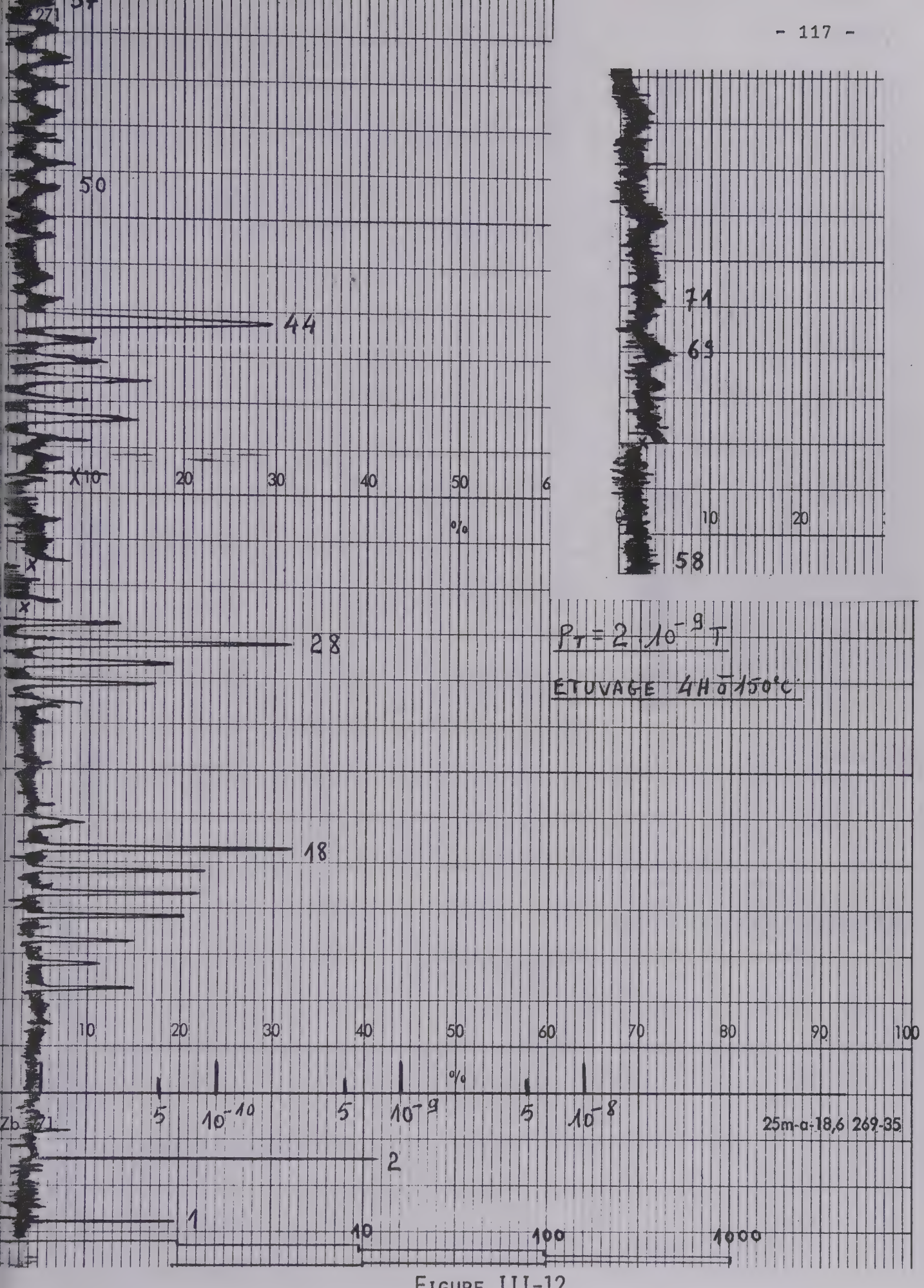


FIGURE III-12

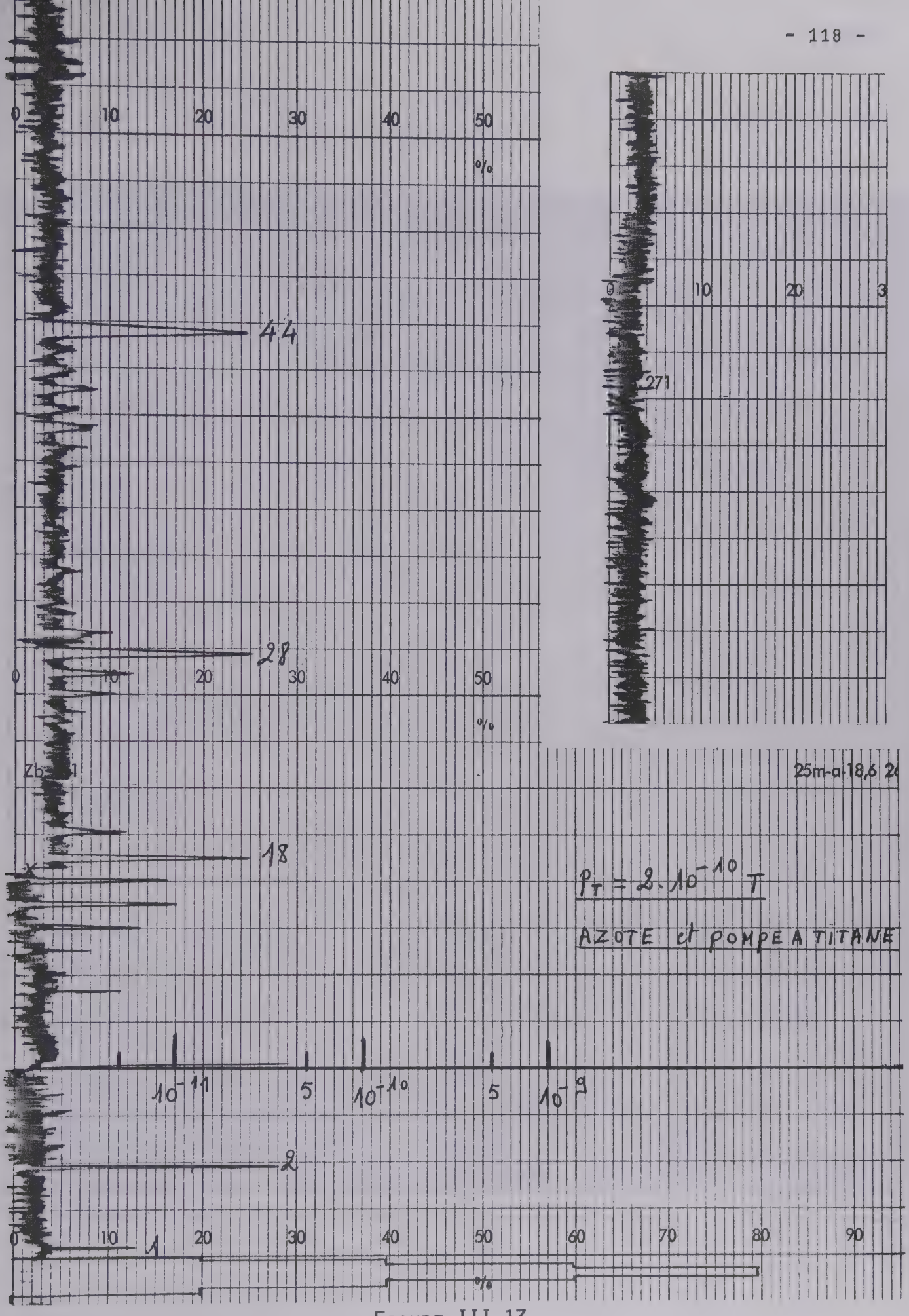


FIGURE III-13

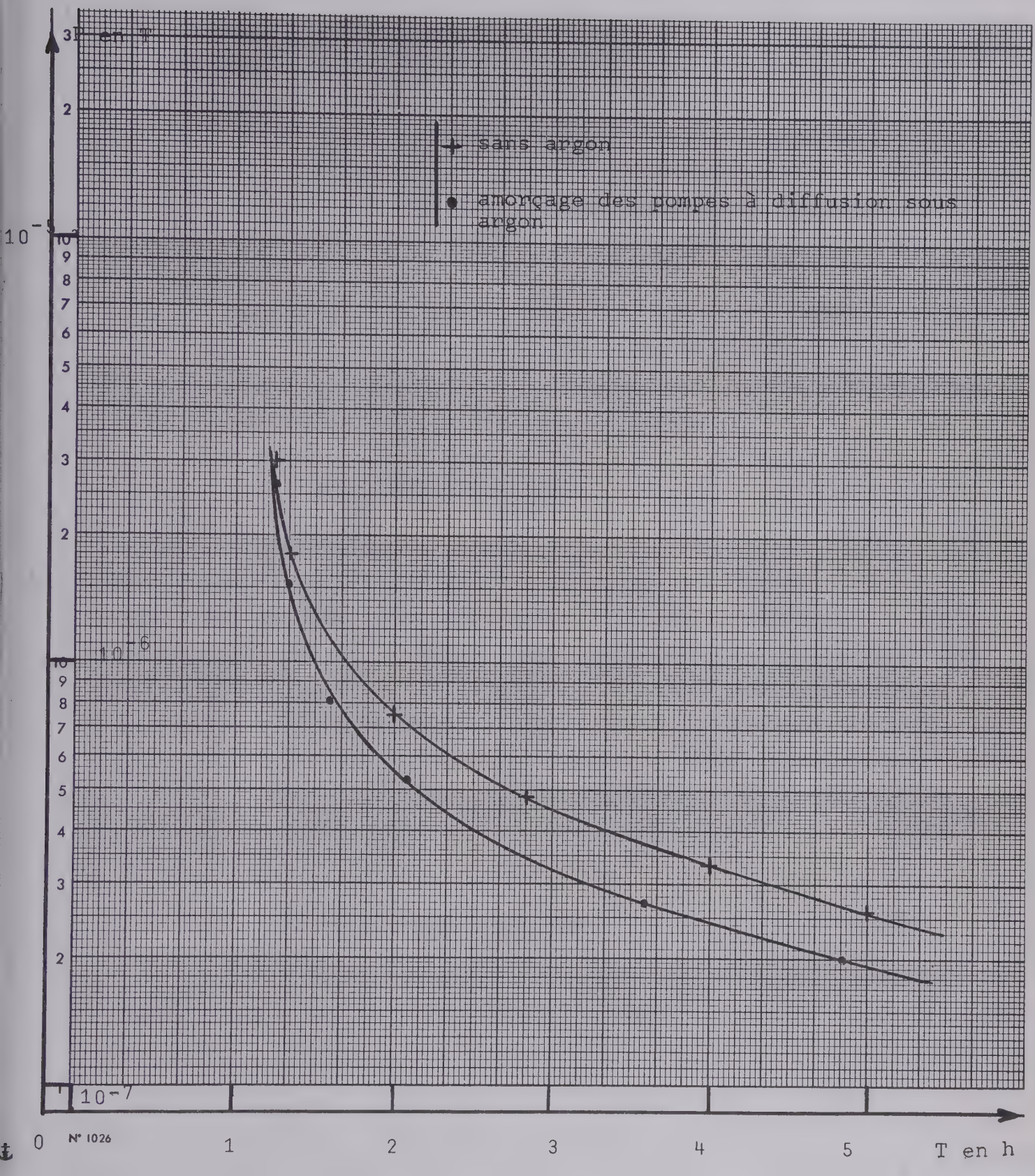

P en Torr
3
2
10⁻⁵
10
9
8
7
6
5
4
3
2
10⁻⁶
10
9
8
7
6
5
4
3
2
1
10⁻⁷
sans argon
amorçage des pompes à diffusion sous argon
0
1
2
3
4
5
T en h
N° 1026

FIGURE II-14

- Dégazage de la cathode

La structure superficielle de la cible a subi une première purification lors de l'étuvage. Cette purification étant insuffisante nous avons procédé à un dégazage plus poussé de la cible en utilisant le processus "Electrical clean up" qui consiste à introduire des ions de gaz rare dans le réseau métallique de la cible. Les gaz rares n'étant pas adsorbés par les métaux, ils peuvent en pénétrant dans le réseau, déloger les gaz adsorbés à la surface de la cible.

Dans notre cas cette technique s'applique aisément puisqu'elle consiste à effectuer une prépulvérisation de la cible à faible puissance. Un masque mobile commandé de l'extérieur est placé devant le substrat durant la prépulvérisation.

- Cas des gaz absorbés

Le processus de dégazage est plus délicat. L'"Electrical clean up" est insuffisant pous le dégazage de tels gaz. La quantité de gaz absorbé étant proportionnelle à la racine carrée de la pression partielle de cé gaz dans l'atmosphère où baigne la cible, nous avons diminué cette pression partielle en réalisant à nouveau un vide poussé dans l'enceinte, après la phase de prépulvérisation, puis en diluant les gaz résiduels dans de l'argon à une pression de 10^{-2} à 10^{-1} Torr. En répétant cette opération deux ou trois fois on parvient pratiquement à annuler la concentration en gaz absorbés ou dissous dans la cible.

- Dégazage du substrat

Le nettoyage du substrat peut s'effectuer également par l'"électrical clean up" (pulvérisation continue sur le porte substrat)

cependant pour des raisons technologiques nous préférons utiliser un chauffage du substrat pendant 2 heures à 600°C. Durant cette opération, la cathode est protégée par le masque mobile.

III-2-3 PREREGLAGE DES DIVERS PARAMETRES DE LA PULVERISATION

Les paramètres à prérégler avant de procéder à la pulvérisation cathodique sont :

- la distance entre la cible et le plateau d'anode cette distance bien que réglable sera généralement fixée à 35mm.

- la pression d'argon à l'intérieur de l'enceinte. Le régulateur nous permet un réglage à 6, 8, 10, 15 et 20.10^{-4} Torr.

- le courant dans la bobine produisant le champ magnétique

- le temps de pulvérisation préréglable sur le boitier de contrôle du générateur haute fréquence. Ce temps est majoré de 60 secondes pendant lesquelles le substrat est protégé par le masque mobile ce qui nous permet d'ajuster les réglages de puissance haute fréquence et d'adaptation d'impédance.

- le circuit de refroidissement de la cible et du plateau d'anode étant alimenté, nous pouvons procéder à la mise sous tension du générateur haute fréquence. La décharge ne s'amorce que pour une pression de 2.10^{-3} Torr, on ramène ensuite la pression à la valeur désirée.

Le niveau de puissance haute fréquence fourni à la décharge est repéré sur le générateur par la tension continue et le courant continu fourni à l'étage de puissance haute fréquence.

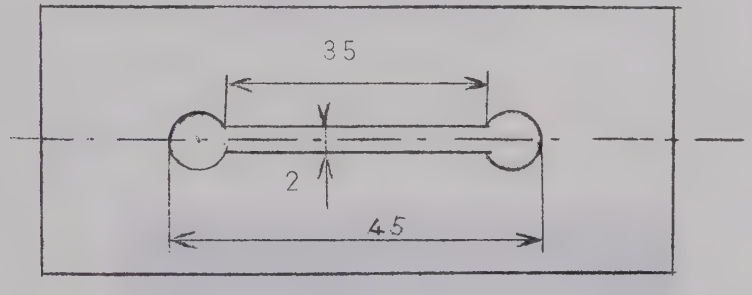
Le réglage du boitier adaptateur d'impédance permet un transfert maximal d'énergie du générateur vers la décharge (maximum de luminosité).

Le régulateur de pression d'argon nous a permis de ne pas avoir à retoucher ces réglages pendant toute la durée de la pulvérisation.

III-3 APPLICATION AU DEPOT DE COUCHES MINCES DE MATERIAUX CONDUCTEURS ET ISOLANTS

III-3-1 Problèmes posés par le dépôt à travers un cache : Polarisation des substrats.

Nous avons effectué les premiers dépôts avec une cathode en Nickel sur un substrat en VYCOR entièrement isolé de la masse. La mesure de l'épaisseur des couches au microscope interférométrique a fait apparaitre un défaut d'uniformité sur la largeur des dépôts. La forme et les dimensions du cache au travers duquel se dépose la couche mince est représenté à la figure suivante



La figure III-15 montre une photographie des franges d'interférence obtenues avec une couche mince de Nickel déposée dans ces conditions. Le profil bombé de la couche donne une épaisseur au centre supérieure à celle obtenue aux bords du cache.

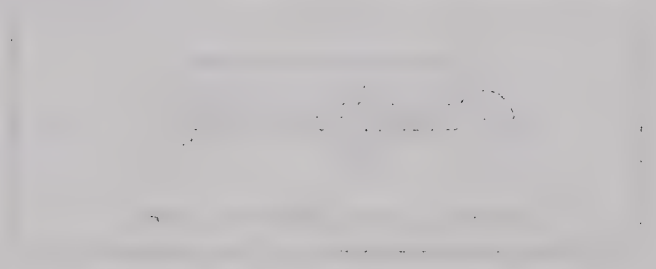


FIGURE III-15

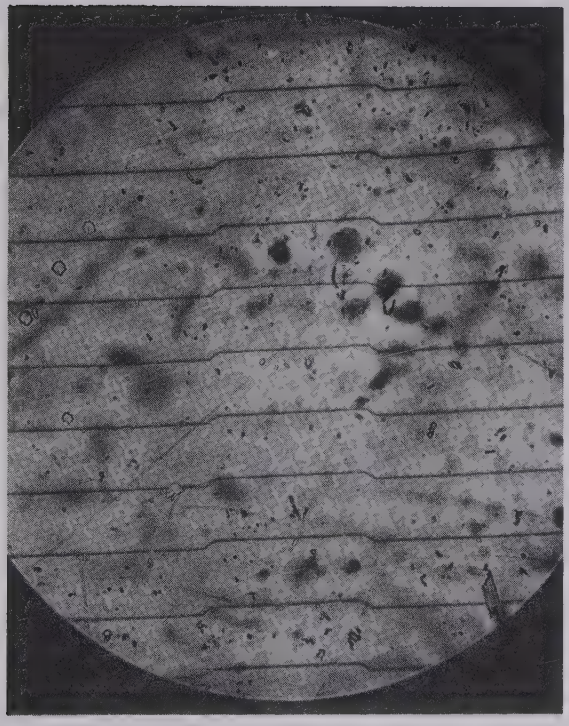
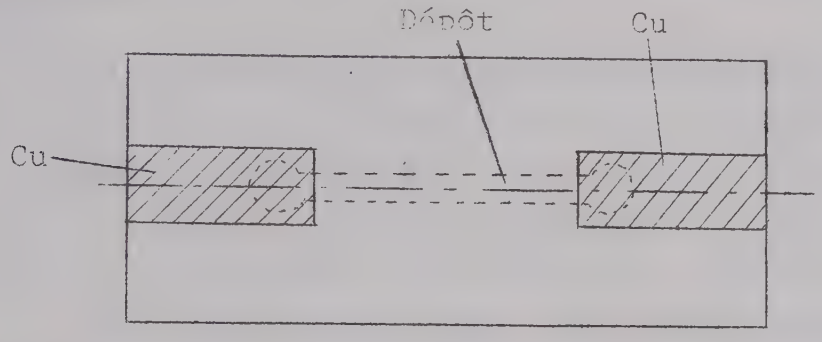


FIGURE III-16

Ce phénomène, lié au potentiel flottant qui se développe à la surface du substrat sous l'effet du bombardement électronique, a été totalement supprimé en portant la couche mince déposée au même potentiel que l'ensemble du porte substrat (et notemment du cache). Pour cela, nous déposons, préalablement à la pulvérisation, des contacts en cuivre sur l'extrémité des substrats selon le schéma suivant



Les contacts étant reliés électriquement au porte substrat, les charges électriques peuvent s'écouler normalement dès que la couche déposée possède une épaisseur suffisante.

La photographie de la figure III-16 montre le résultat obtenu pour une couche de Nickel déposée dans ces conditions, les contacts et l'ensemble du porte substrat étant reliés à la masse.

III-3-2 Influence des paramètres de la pulvérisation R.F sur la vitesse de dépôt.

1) Détermination expérimentale de la vitesse de dépôt

Nous avons étudié pour des paramètres constants (niveau de puissance H.F, pression, distance entre plateau) la variation d'épaisseur des couches déposées en fonction du temps de pulvérisation. Ces essais ont été effectués dans les conditions énumérées précédemment avec des cibles de Nickel, Cuivre, Tantale, Alumine et Quartz.

Nous avons déposé les couches conductrices (Cuivre, Nickel, Tantale) sur des substrats possédant des contacts en cuivre reliés électriquement au porte substrat puis à la masse. En ce qui concerne les couches de quartz et d'alumine, nous avons recouvert le substrat, par évaporation thermique, d'une couche de 2000 Å d'aluminium. Cette disposition permet d'éliminer les charges électriques pendant la pulvérisation et d'obtenir ainsi une bonne uniformité des dépôts.

La figure III-17 montre les résultats obtenus. La régulation de pression nous donnant une bonne stabilité des paramètres de la décharge, notemment pour l'adaptation d'impédance, la dispersion des points n'est jamais supérieur à l'erreur commise sur la mesure de l'épaisseur des dépôts (de l'ordre de ± 50 Å).

Lors des premiers essais de pulvérisation du quartz nous avons observé pour les fortes épaisseurs une dispersion des points que nous n'obtenions pas avec les couches conductrices (courbe en pointillé). Après plusieurs investigations, nous avons pu attribuer ce défaut de linéarité à la couche de quartz déposée sur le plateau d'anode. En effet après plusieurs pulvérisations, le plateau d'anode devient entièrement isolant et se comporte comme une sonde de Langmuir dans un plasma. Le potentiel de la surface du plateau devient négatif et la décharge tend à s'établir entre la cathode et les éléments entourant le plateau d'anode ce qui réduit la vitesse de dépôt sur le substrat.

Nous avons résolu ce problème en nettoyant la surface du plateau entre chaque pulvérisation pour les couches de quartz et d'alumine.

La figure III-17 montre que dans ces conditions et pour les domaines d'épaisseurs considérés, l'épaisseur des couches déposées est une fonction linéaire du temps de pulvérisation.

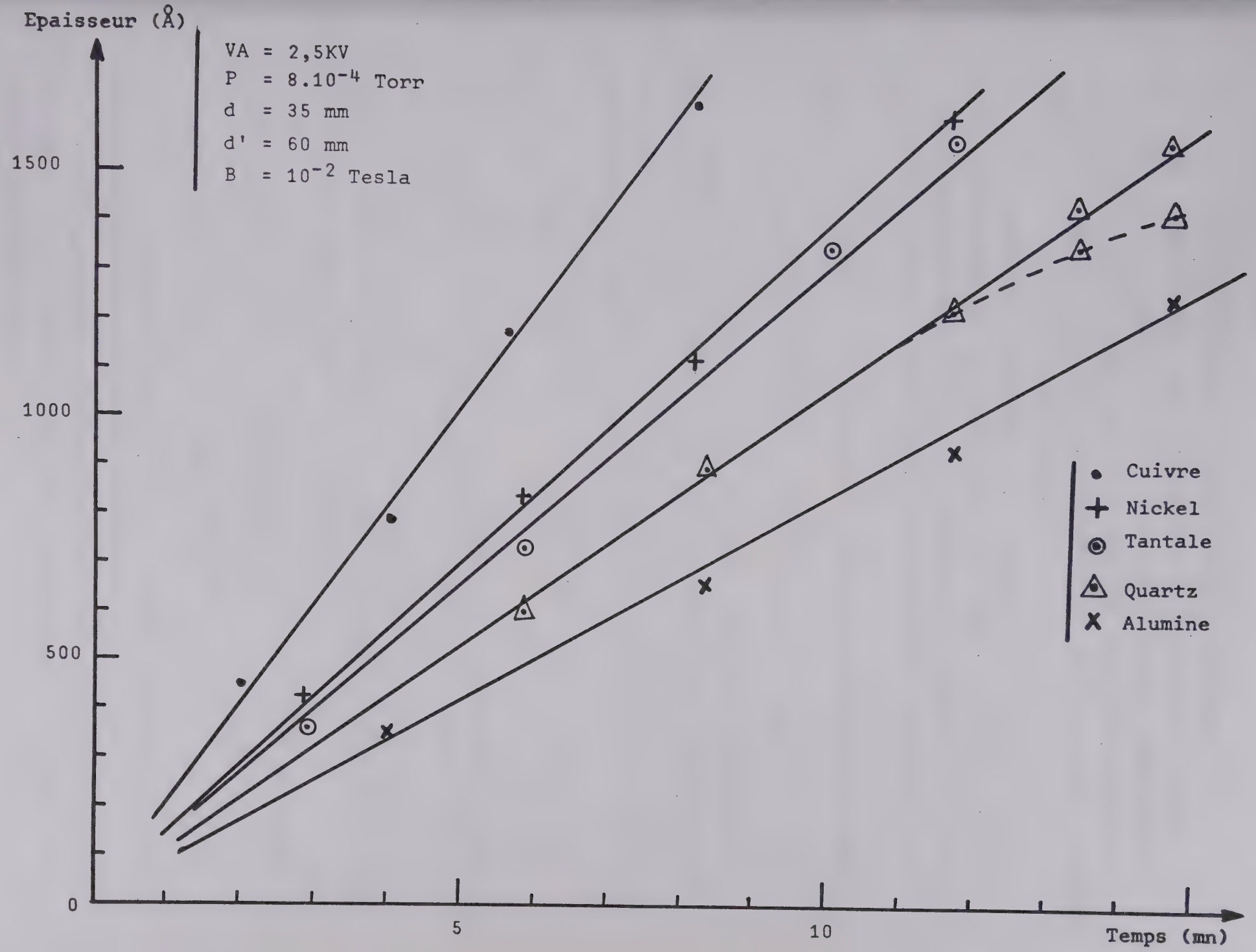


FIGURE III-17

2) Influence de la puissance haute fréquence

Actuellement nous ne sommes pas en mesure de chiffrer avec précision la puissance haute fréquence fournie effectivement à la décharge. Par contre nous obtenons des résultats reproductibles en contrôlant le niveau de puissance HF par la tension continue d'anode VA de l'étage de puissance.

Néanmoins, pour avoir une première approximation de la puissance fournie par le générateur, nous avons tracé la courbe donnant la puissance efficace en fonction de la tension VA lorsque le générateur débite sur une résistance pure non inductive de 50 ohms.

L'ensemble du dispositif étant parfaitement adapté nous avons :

$$P_{HF}\text{eff.} = \frac{(V_{HF}\text{eff.})^2}{50}$$ (courbe a de la figure III-18)

Considérons maintenant le même générateur débitant sur une décharge luminescente parfaitement adaptée dont l'impédance est 50 ohms. Nous avons vu au chapitre I que la tension continue de cathode est sensiblement la tension crête du signal haute fréquence. La puissance fournie est dans ce cas

$$P_{HF} = \frac{(V_{HF}\text{eff.}\sqrt{2})^2}{50} = \frac{2(V_{HF}\text{eff.})^2}{50}$$

Cette valeur théorique maximum de la puissance H.F fournie par le générateur à la décharge est donnée par la courbe (b) de la figure III-18.

Nous avons tracé à la figure III-19 la variation de la vitesse de dépôt en fonction du niveau de puissance H.F repéré par VA. L'allure parabolique des courbes est due :

- d'une part au fait que la tension H.F crête est proportionnelle à la tension continue d'anode VA.

$$V_{HF} = K.VA \Rightarrow P_{HF} = \frac{2(K.VA)^2}{50}$$

- d'autre part au fait que la vitesse de dépôt est proportionnelle à la puissance haute fréquence.

Il en résulte que dans le cas où les pertes H.F sont négligeables, la vitesse de dépôt est proportionnelle au carré de la tension continue d'anode VA.

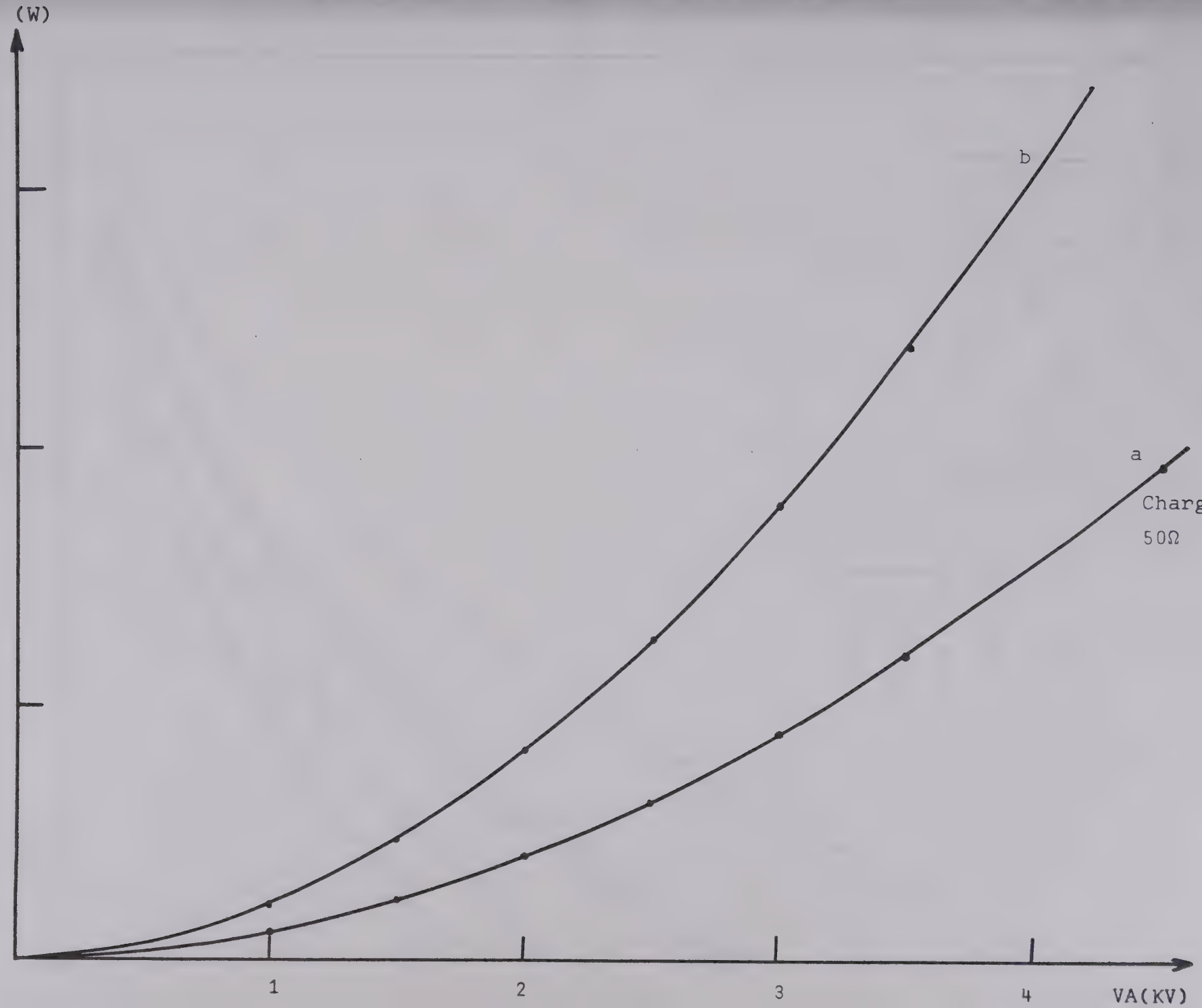


FIGURE III-18

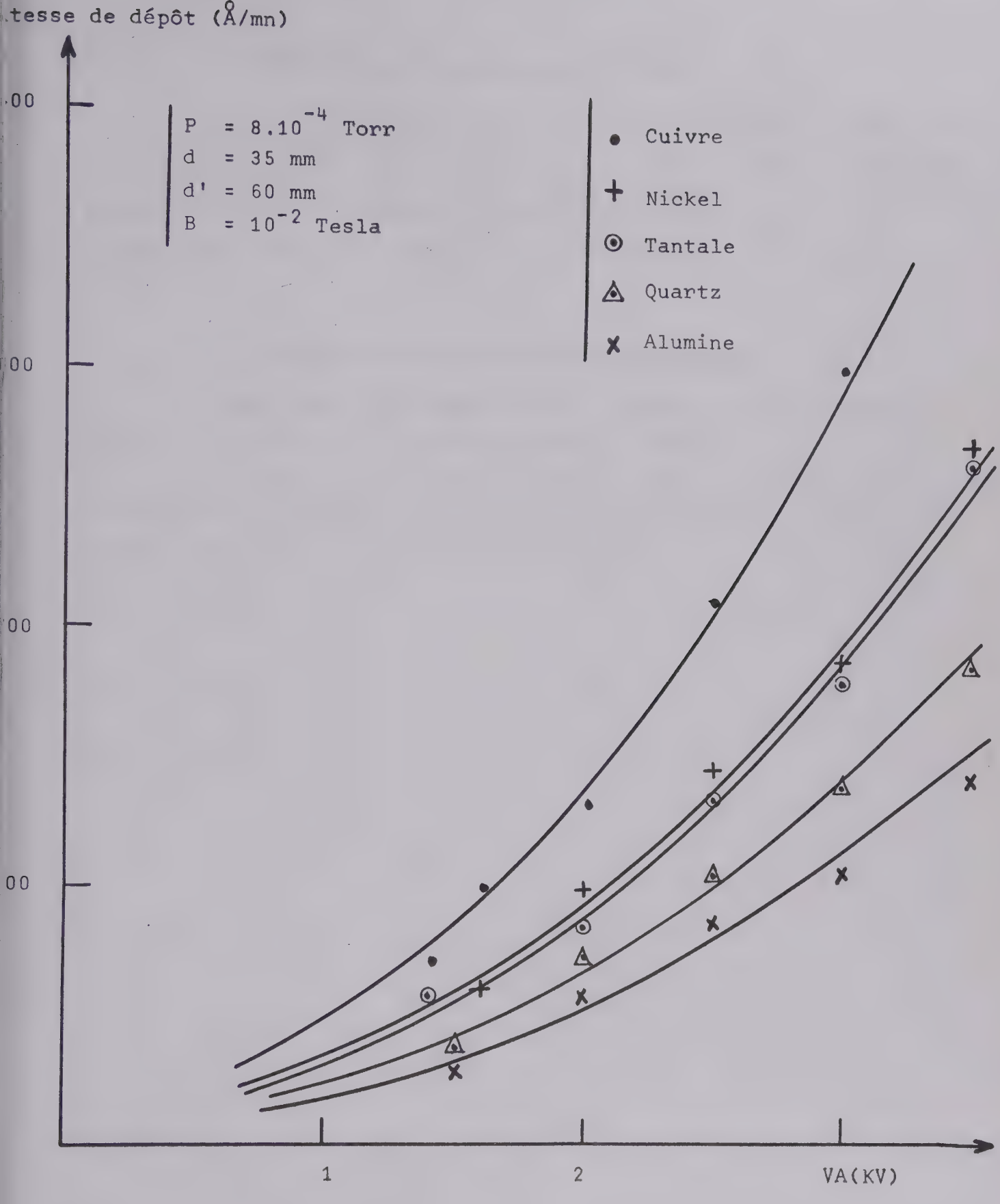


FIGURE III-19

3) Influence de la pression d'argon

Nous avons étudié l'influence de la pression d'argon sur la vitesse de dépôt du Nickel. La figure III-20 montre qu'il existe une zone de pression vers 15.10^{-4} Torr pour laquelle la vitesse de dépôt passe par un maximum. Ce résultat est comparable à celui obtenu par KRAMAR pour des dépôts de Rhénium par pulvérisation R.F [23].

4) Influence de la distance anode-cathode

Nous avons également étudié l'influence de la distance anode-cathode sur la vitesse de dépôt du Nickel.

La courbe de la figure III-21 montre que l'influence de ce paramètre est moins prépondérante que les autres pour des distances variant de 30 à 50 mm entre plateaux.

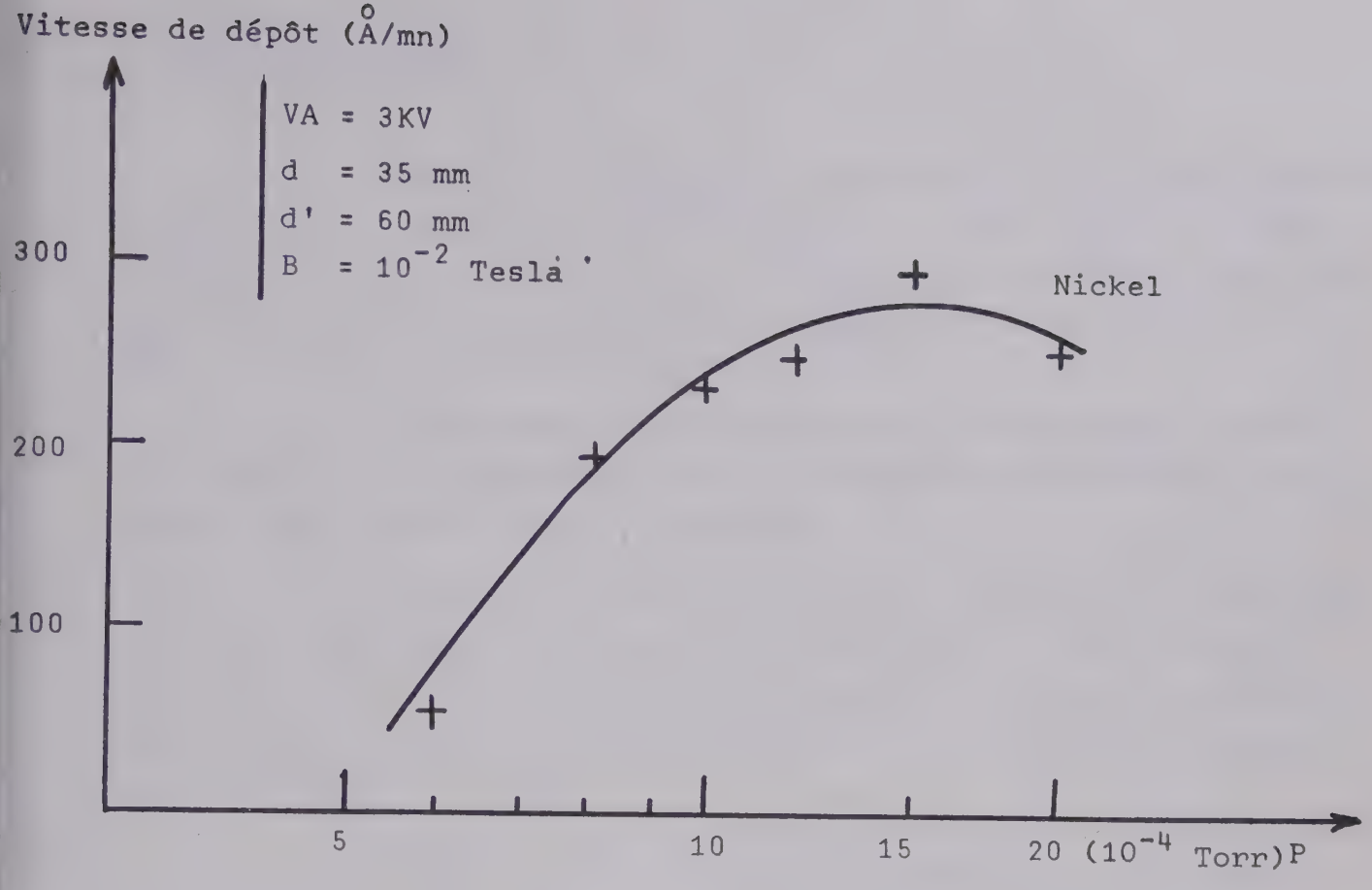


FIGURE III-20

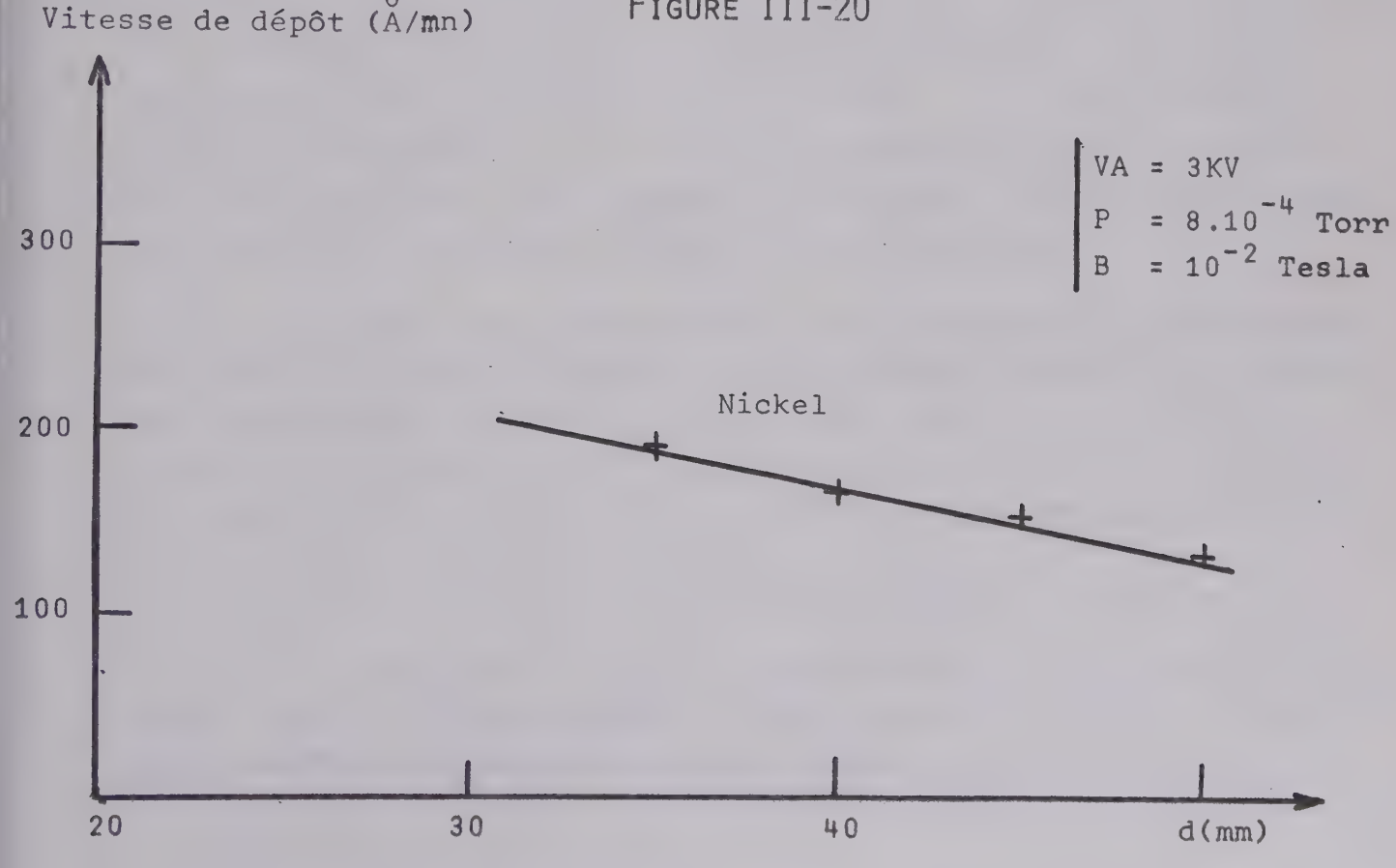


FIGURE III-21

C O N C L U S I O N

Le but de ce travail était de mettre au point un dispositif permettant : d'une part l'élaboration de couches minces de haute pureté de matériaux conducteurs, diélectriques ou réfractaires avec une bonne stabilité des paramètres influençant la vitesse de dépôt ainsi qu'une bonne uniformité des couches.

- d'autre part le traitement de la couche après son dépôt (recuit) et l'observation de ses paramètres électriques (résistance) sans réouverture de l'enceinte.

L'utilisation d'un dispositif de pulvérisation radio-fréquence modifié pour être adapté aux techniques de l'ultra-vide (étuvage) nous a permis de déposer des couches minces de matériaux réfractaires et diélectriques avec des vitesses de dépôts pouvant atteindre 200 à 300 $\mathring{A}$/mn.

Le problème de la contamination du gaz de décharge et de la cathode a été résolu en utilisant un groupe ultra-vide. La pression totale dans l'enceinte avant pulvérisation est inférieure à 2.10^{-10} Torr et la pression partielle équivalente d'azote des hydrocarbures est inférieure à 3.10^{-12} Torr. Un champ d'induction magnétique longitudinal de 10^{-2} Tesla permet en outre de confiner le plasma entre les deux plateaux et d'éviter ainsi le bombardement des parois de l'enceinte pendant la pulvérisation.

L'étude et la réalisation d'un servomécanisme régulateur de pression d'argon, à actions proportionnelle intégrale et dérivée dont la précision de régulation est supérieure à $\pm\ 2.10^{-5}$ Torr (autour de la valeur 8.10^{-4} Torr), a permis d'obtenir une décharge dont les paramètres sont stables en fonction du temps ainsi qu'une bonne reproductibiité des résultats.

Le problème de l'uniformité des dépôts a été résolu :

- d'une part en plaçant le substrat à l'extérieur du plasma sous le plateau d'anode. Cette disposition donne une répartition uniforme du champ électrique entre les deux plateaux.

- d'autre part en reliant électriquement la couche mince déposée (ou une couche intermédiaire) au support de substrat.

Enfin, le substrat étant situé à l'extérieur du plasma nous l'avons introduit à l'intérieur d'un four permettant soit le recuit de la couche mince, soit une étude de sa résistance en fonction de la température (pour les couches conductrices).

Pour pouvoir utiliser totalement les possibilités du système actuel, il faudrait prévoir un second dispositif d'introduction de gaz (actif) éventuellement régulé associé à un dispositif de mesure de pressions partielles (spectromètre quadripolaire). Cet ensemble permettrait alors d'obtenir des dépôts composés par pulvérisation cathodique réactive.

B I B L I O G R A P H I E

---

(1) - A. FERY, Thèse de Docteur es Sciences Physique, Ann.Phys. 1932

(2) - A. COLOMBANI - Propriétés du nickel d'ionoplastie, Ann. Phys., Juin 1943

(3) - J.J. THOMSON, Théo. de la pulv. cath., 1893, Recent Researches

(4) - DRUDE, 1893, WIED. Ann., 50, P.595

(5) - MAURAIN, 1905, Compte rendu de l'Acad. des Sciences, 141, P.1223

(6) - A. VON HIPPEL, 1926, Ann.Phys., 81, 1043

(7) - R. MORILLE et M. GALINIER, 1er Symposium Européen sur la pulv. cath., Toulouse 1971

(8) - J. DUCHENE, Rapport CEA-R-3995

(9) - M. KOEDAM, Philips research reports, 16, 101-144, 1961

(10) - F.M. PENNING and J.H.A. MOUBIS, KONINKL.NED.AKAD.WETENSCHAP. Proc. 43, 41 (1940)

(11) - L.I. MAISSEL, Physics of thin films, Vol.3, 1966

(12) - G.S. ANDERSON, W.N. MAYER and G.K. WEHNER, J.Appl.Phys., 33, 1962, 2991

(13) - R. HANAU, Phys.Rev., 76, 153, 1949
(14) - B.J. STOCKER, Brit.J.Appl.Phys. 12, 465, 1961
(15) - GILLE, DECAULNE, PELEGRIN, Théorie et calcul des asservissements linéaires
(16) - P. NASLIN, Technologie et calcul pratique des systèmes asservis
(17) - GILLE, DECAULNE, PELEGRIN, Dynamique de la commande linéaire
(18) - J.C. MARCHAIS, L'amplificateur opérationnel et ses applications
(19) - R. DUGEHAULT, Applications pratiques de l'amplificateur opérationnel
(20) - G. BRUHAT, Cours de Physique Générale
(21) - S. WEINING, Symposium sur la pulv. Cath., NICE 1972
(22) - R. SOUCHET, J. SARRAU, G. VALDENER, Analyse des gaz résiduels en ultra-vide, Le vide 159, 160, 1972
(23) - JAROSLAV KRAMAR, 1er Symposium sur la pulv. cath., TOULOUSE 1969.